

MIKROSTRUKTUR UND KRIECHVERHALTEN
DER NICKELBASISLEGIERUNG
INCONEL 617
IM TEMPERATURBEREICH
ZWISCHEN 850 °C UND 950 °C
UNTER BERÜCKSICHTIGUNG
AUFGEKOHLTER GEFÜGEZUSTÄNDE

Peter Paul Schepp

Erlangen 1983

1983 № 379



MIKROSTRUKTUR UND KRIECHVERHALTEN
DER NICKELBASISLEGIERUNG
INCONEL 617
IM TEMPERATURBEREICH
ZWISCHEN 850 °C UND 950 °C
UNTER BERÜCKSICHTIGUNG
AUFGEKOHLTER GEFÜGEZUSTÄNDE

Der Technischen Fakultät
der Universität Erlangen-Nürnberg
zur Erlangung des Grades
DOKTOR - INGENIEUR

vorgelegt von
Peter Paul Schepp

Erlangen 1983

Als Dissertation genehmigt von der
Technischen Fakultät der
Universität Erlangen-Nürnberg

Tag der Einreichung: 14.2.1983

Tag der Promotion: 15.6.1983

Dekan: Prof. Dr. U. Zwicker

Berichterstatler: Prof. Dr. B. Ilschner
Prof. Dr. H. Kaesche

Die vorliegende Arbeit wurde in den Jahren 1978 - 1982 am Institut für Werkstoffwissenschaften der Universität Erlangen-Nürnberg durchgeführt.

Die Durchführung erfolgte im Rahmen des HHT-Projektes in Zusammenarbeit mit der Firma Brown, Boveri & Cie., Abteilung ZWT, Mannheim, und wurde vom Minister für Wirtschaft, Mittelstand und Verkehr des Landes Nordrhein-Westfalen finanziell unterstützt.

Die Arbeit entstand unter der wissenschaftlichen Leitung von Herrn Prof. Dr. B. Ilschner, dem ich für seine Anregung und Förderung zu grossem Dank verpflichtet bin.

Ich danke den Mitarbeitern am Institut für Werkstoffwissenschaften, insbesondere meinen Kollegen S. Kloucek und L. Berchtold, die durch ihre Kritik und ihre tätliche Hilfe sehr zum Fortgang der Arbeit beigetragen haben, vor allem aber auch Herrn Prof. Dr. T. Hasegawa, Institutsgast von der Universität Tokio, für seine zahlreichen Diskussionsbeiträge. Daneben haben mich Herr D. Puppel in der Elektronenmikroskopie, Herr B. Kummer bei der Konstruktion der Apparaturen sowie Frau W. Teichmann bei der Zusammenstellung der fotografischen Arbeiten stets sehr entgegenkommend unterstützt.

Für die Fertigung der diversen Apparaturen möchte ich der Zentralwerkstatt der Universität meine Anerkennung aussprechen.

An meiner neuen Arbeitsstelle, der Ecole Polytechnique Fédérale in Lausanne (Schweiz), sage ich Frau A. Bolanz für ihre Geduld bei der Fertigstellung der Maschinenfassung des Manuskriptes meinen herzlichen Dank.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41546208_0032

<u>Inhaltsverzeichnis</u>	<u>Seite</u>
1. <u>EINLEITUNG</u>	1
2. <u>LITERATURSTAND</u>	4
2.1. <u>Kriechverformung</u>	4
2.1.1. Einführung	4
2.1.2. Mechanismen des Versetzungskriechens	5
2.1.3. Phänomenologische Kriechgesetze	9
2.2. <u>Aufkohlung</u>	15
2.3. <u>Veränderung der mechanischen Eigenschaften durch Aufkohlung</u>	17
3. <u>EXPERIMENTELLE DURCHFÜHRUNG</u>	22
3.1. <u>Probenmaterial und Probennahme</u>	22
3.2. <u>Probenbehandlung</u>	22
3.2.1. Auslagerung an Luft	22
3.2.2. Aufkohlung in $\text{CH}_4\text{-H}_2$	23
3.3. <u>Kriechverformung</u>	25
3.3.1. Kriechapparatur	25
3.3.2. Auswertung der Kriechkurven	34
3.4. <u>Struktur- und Gefügeuntersuchung</u>	35
3.4.1. Lichtmikroskop und REM	35
3.4.2. TEM	35
4. <u>MESSERGEBNISSE UND DISKUSSION</u>	37
4.1. <u>Materialeigenschaften und Mikrostruktur ohne Verformung</u>	37
4.1.1. Neumaterial	37
4.1.1.1. Korngefüge	37
4.1.1.2. Zusammensetzung und Mikrogefüge	37
4.1.1.3. Stapelfehlerenergie	42
4.1.1.4. Elastische Konstanten	45
4.1.2. Material nach Wärmebehandlung an Luft	46
4.1.2.1. Karbide	46
4.1.2.2. γ' -Phase	56
4.1.2.3. Oxidationseinflüsse	60
4.1.3. Material nach Aufkohlung in $\text{CH}_4\text{-H}_2$ -Atmosphäre	62

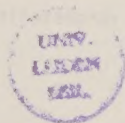
4.2. <u>Mechanisches Verhalten</u>	69
4.2.1. RT-Härte	69
4.2.1.1. Material nach Wärmebehandlung an Luft	69
4.2.1.2. Material nach Aufkohlung	71
4.2.2. Kriechkurvenverlauf im monotonen Kriechversuch	72
4.2.2.1. Ausgangsmaterial	72
4.2.2.2. Ausgelagertes Material	77
4.2.2.3. Aufgekohltes Material	82
4.2.3. Verformungsstruktur	87
4.2.3.1. Versetzungen	87
4.2.3.2. Korngefüge	97
4.2.4. Kriechverhalten nach Spannungs- und Temperaturwechseln	102
4.2.5. Einflussgrößen auf die Verformungsgeschwindigkeit	109
4.2.5.1. Spannung	110
4.2.5.2. Temperatur	115
5. <u>INTERPRETATION DES VERFORMUNGSVERHALTENS</u>	118
5.1. <u>Einführung</u>	118
5.2. <u>Verformungszustände</u>	120
5.2.1. Homogene Versetzungsstruktur	120
5.2.2. Heterogene Versetzungsstruktur	124
5.2.3. Verformungszustand nach Aufkohlung	129
5.3. <u>Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der Kriechrate</u>	130
6. <u>ZUSAMMENFASSUNG</u>	137
7. <u>LITERATURVERZEICHNIS</u>	143

1. EINLEITUNG

Nickel-Basis-Blechwerkstoffe wie INCONEL 617 (IN 617) mit hohen Gehalten an Cr, Co, Mo sind schon seit langem im Gasturbinenbau bei mittleren Temperaturen im Einsatz. In neuerer Zeit sieht man ihre Verwendung als Heissgasleitung im Hochtemperaturreaktor bei Temperaturen bis zu 950 °C vor. Bei dem hohen Temperaturniveau ist die Langzeitstabilität solcher Legierungen im allgemeinen kritisch. Daneben werden die Werkstoffe im Hochtemperaturreaktor zusätzlich dem Korrosionsangriff durch Verunreinigungen der Helium-Atmosphäre ausgesetzt. Da eine schützende Oxidschicht in dieser Atmosphäre nicht aufwächst, kann es durch Eindiffusion insbesondere von Kohlenstoff in die Bauteiloberfläche zu grundlegenden Gefügeänderungen auch im Bauteilinnern kommen.

Die Blechlegierungen sind hauptsächlich mischkristallgehärtet; die Legierung IN 617 bezieht ihre Festigkeit daneben aus der Härtung durch fein verteilte Karbide. Die im allgemeinen für die Hochtemperatur-Festigkeit in Ni-Basis-Legierungen verantwortliche γ' -Phase tritt oberhalb 800 °C nicht auf. Die Blechlegierungen sind daher den typischen Vertretern der Schaufelwerkstoffe an Festigkeit zweifellos unterlegen. Jedoch sind ihre gute Formbarkeit und Schweissbarkeit wichtige Voraussetzungen für die Herstellung der vorgesehenen Komponenten im grosstechnischen Massstab. Darüberhinaus zeichnen sie sich durch sehr gute Korrosionsbeständigkeit und grosse Bruchdehnungen aus, also durch Eigenschaften, denen insbesondere angesichts der Sicherheitsanforderungen in Reaktoranlagen besondere Bedeutung zukommt.

Für einzelne Komponenten dieser Anlagen werden Lebensdauern von 100'000 - 300'000 h gefordert. Da derartige Prüfzeiten nicht annähernd realisierbar sind, ist man bei der Auslegung auf zeitlich extrapolierte Festigkeitswerte angewiesen. Die dazu in der Praxis eingesetzten Verfahren basieren weitgehend auf makroskopischen Kenngrössen bzw. stellen numerische Anpassungen an gemessene Werte mittlerer Standzeit dar. Ihr mangelnder Strukturbezug erschwert jedoch die Zuordnung beobachteter Abweichungen vom Extrapolationsergebnis erheblich. Insbesondere trifft das zu im Falle der Überlagerung mehrerer Stoffgesetze, wenn modellkompatible Korrelationen nicht unmittelbar zu erkennen sind.



Die vorliegende Arbeit untersucht das Kriechverhalten der Legierung IN 617 im Temperaturbereich zwischen 850 und 950 °C. Mit den zur Verfügung stehenden Versuchszeiten kann die Untersuchung keinesfalls an übliche Prüfzeiten der Zeitstandprüfung anschliessen. Sie versteht sich also nicht in erster Linie als Datenquelle. Ihr Ziel ist vielmehr, durch Vergleich der mechanischen Kurzzeit-Kennwerte mit den Ergebnissen der Strukturbeobachtung in einer systematischen, theoriegestützten Analyse auf den jeweils dominierenden Verformungsmechanismus zu schliessen. Durch Einbeziehung eines durch Wärmebehandlung gut abgestimmten Spektrums von Gefügezuständen in die Verformungsreihe soll die Grundlage geschaffen werden für eine zumindest qualitative Bewertung der Festigkeitsbeiträge einzelner Gefüge- und Strukturelemente.

Das Gefügespektrum soll dabei auch einige exemplarische Aufkohlungsgefüge einschliessen. Gleichwohl ist die Thermodynamik und Kinetik der Aufkohlung in HTR-Anlagen selbst nicht Gegenstand dieser Arbeit. Auch kann die Herstellung der Aufkohlungsgefüge nicht in der sehr langsam aufkohlenden HTR-Atmosphäre erfolgen, sondern muss aus Gründen vertretbarer Versuchsdauer in reduzierender $\text{CH}_4\text{-H}_2$ -Atmosphäre bei erhöhten Kohlenstoffaktivitäten durchgeführt werden.

Mit Blick auf die in der Anwendung relativ kleinen zulässigen Grenzwerte der Dehnung sieht das Verformungskonzept angesichts der grossen Bruchdehnungen der Legierung in der Regel den Abbruch des Kriechexperiments weit vor dem Bruch der Probe vor. Dadurch können auch im Kurzzeitversuch Verformungsgeschwindigkeiten bei sehr kleinen - anwendungsähnlichen - Spannungen erfasst werden.

Die hier vorliegende Schriftfassung der Arbeit skizziert zunächst im Kapitel 2 den theoretischen Hintergrund der Kriechverformung bzw. verweist auf entsprechende weiterführende Darstellungen aus der jüngeren Zeit. Mit der Beschreibung von Modellfällen des Versetzungskriechens soll nicht nur die spätere Interpretation des Verformungsverhaltens in Kapitel 5 vorbereitet werden. Sie soll auch dazu dienen, Versuchsgang und daraus resultierte Ergebnisverdichtung verständlich zu machen. Daneben geht das Kapitel 2 auf die Voraussetzungen für die Aufkohlung ein. In Kapitel 3 wird das Probenmaterial vorgestellt. Hauptgesichtspunkt in diesem Kapitel ist

jedoch die Beschreibung der Versuchsaufbauten, insbesondere der für diese Arbeit eigens erstellten Kriechapparatur. Die anschliessenden Angaben über die Methoden der Struktur- und Gefügeuntersuchung bzw. deren metallographische Vorbereitung beschränken sich weitgehend auf Standardmethoden für austenitische Werkstoffe. Kapitel 4 umfasst alle Messergebnisse. Dabei wird den Gefügeuntersuchungen vorweg breiter Raum gewidmet. Hier kann sich der Leser auch mit Phänomenen der Gefügeentwicklung vertraut machen, die über unmittelbare Fragen der Interpretation des Kriechverhaltens in dieser Arbeit hinausgehen. Bei der Besprechung der Kriechexperimente ist die Auswahl der Versuchsparameter in zwei Dimensionen ausgerichtet: Während bei Neumaterial die Spannung über einen grossen Bereich variiert wird, ist bei der Verformung von vorbehandeltem Material die Auslagerungszeit abgestuft, und die Spannung bleibt im wesentlichen konstant. Die Versuche mit Spannungs- und Temperaturwechseln bilden ein eigenes Unterkapitel. Mit der Beschreibung der Verformungsstruktur soll bereits auf die Interpretation des Verformungsverhaltens in Kapitel 5 hingeführt werden. Die dabei phänomenologisch erkennbaren Zusammenhänge sind zudem Voraussetzung für die sinnvolle Verdichtung der Kriechdaten mit dem Ziel, Einflussgrössen auf die Kriechrate herauszuarbeiten. Kapitel 5 greift die Kriechergebnisse auf und ordnet sie nach Verformungszuständen. Die Abgrenzung des geschwindigkeitsbestimmenden Mechanismus in verschiedenen Bereichen der Kriechkurve führt schliesslich für den Bereich kleiner Dehnungen zur Angabe einer extrapolationsfähigen Beziehung zwischen der Kriechrate einerseits und Spannung, Temperatur und Gefügeentwicklung andererseits.

2. LITERATURSTAND

2. 1. Kriechverformung

2. 1.1. Einführung

Für die Analyse des Hochtemperatur-Verformungsverhaltens von metallischen Werkstoffen stellt der Kriechversuch die Basisinformation dar. Mit Hilfe der Kriechkurve $\epsilon(t)$ lässt sich bei konstanten Spannungs- und Temperaturverhältnissen die Kriechrate zu jedem Zeitpunkt und bei jeder Dehnung angeben. Die physikalischen Mechanismen, die den Kriechvorgang kontrollieren, können sehr vielfältig sein, abhängig von Werkstoffzusammensetzung und Gefügestand, aber auch von äusseren Bedingungen wie z.B. Spannung und Temperatur /1/.

Bei der vorliegenden polykristallinen Legierung IN 617 ist die Verformung im betrachteten Temperaturbereich zwischen 850 und 950 °C überwiegend durch die Bewegung von Versetzungen getragen, wie Arbeiten an ähnlichen Legierungen gezeigt haben /2/-/5/. Daneben wird man bei der höheren Temperatur von 950 °C und sehr kleinen Spannungen auch einen nennenswerten Beitrag an Korngrenzengleiten erwarten. Das Abgleiten der Körner erfolgt parallel zur Kornverformung. Korngrenzengleiten findet auch bei höheren Spannungen statt /6/,/7/. Jedoch ist der Anteil an der Gesamtverformung bei höheren Spannungen vernachlässigbar klein. Die makroskopische Verformungsgeschwindigkeit infolge Korngrenzengleitens ist der Korngrösse umgekehrt proportional.

In neuerer Zeit wird im Zusammenhang mit dem Zeitstandverhalten von Hochtemperatur-Legierungen auf Ni-Cr-Basis häufig auf eine Kontraktion des Werkstoffs infolge von phasenbedingten Änderungen der Gitterkonstanten hingewiesen /8/. Der Vorgang ist noch nicht sehr gut untersucht. Erste Ergebnisse der Elektronenbeugung deuten jedoch an, dass sich im Verlaufe langzeitiger Wärmebehandlung eine Phase der Zusammensetzung Ni_2Cr ausbildet, deren kleineres Gittervolumen zu der besagten Probenverkürzung führt. Die Gitterkontraktion ist nicht verformungsabhängig, überlagert sich jedoch im Kriechzugversuch der Vorwärtsverformung. Für den Fall einer Überkompensation der Kriechverformung durch die Probenkontraktion hat sich der Begriff "negatives Kriechen" eingeführt. Das Phänomen tritt bei den untersuchten Legierungen, z.B. bei Nimonic 80A und Brightray S, haupt-

sächlich im mittleren Temperaturbereich zwischen 400 und 600 °C auf.

Die Legierung IN 617 gilt als mischkristallgehärtet /9/. Die γ' -Phase tritt nicht auf; dennoch wird man aufgrund einer relativ feinen Karbidverteilung im Korn auch Teilchenhärtungsbeiträge erwarten /10/. Für die Analyse sind also unterschiedliche Wechselwirkungsmechanismen der Versetzungen mit Gefügeelementen - Fremdatomen und Teilchen - in Betracht zu ziehen.

2. 1.2. Mechanismen des Versetzungskriechens

Die der Kriechverformung von reinen Metallen und einphasigen Legierungen zugrundeliegenden Mechanismen sind in den letzten Jahren in zahlreichen Arbeiten, z.B. /11/-/17/ diskutiert worden. Danach entspricht nur die Verformung von reinen, insbesondere kfz-Metallen, dem klassischen Kriechfall, in dem die Kriechrate nach hohen Anfangswerten im Laufe des Primärbereiches infolge Versetzungsverfestigung um mehrere Größenordnungen abfällt (Abb. 2.1). Verfestigung bedeutet Verkleinerung der Maschenweite des homogenen dreidimensionalen Versetzungsnetzwerks, das zu Verformungsbeginn vorliegt. Die Wechselwirkung der Versetzungen untereinander ist dabei thermisch aktiviert, so dass die Verformung nicht zum Stillstand kommt. Mit zunehmender Dehnung kommt es zu Versetzungsdickichten, aus denen sich Zellen und schliesslich Subkörner bilden. Im selben Masse verringert sich die Dichte der freien Versetzungen, d.h. die Maschenweite im Innern der Subkörner nimmt ab. Mit dieser Heterogenisierung der Versetzungsstruktur kommt es zur inhomogenen Spannungsverteilung im Kristall, die zu Anelastizität in Form von langreichweitigen Rückspannungen führt /11/. Für die noch freien Versetzungen, die die Verformung weiter tragen, gibt es infolge der Heterogenisierung zweierlei Reaktionsgebiete: das "weiche" Subkorninnere, in dem die Versetzungs-Versetzungswechselwirkungen thermisch aktiviert sind, sowie die "harten" Subkorn Grenzen, in deren Bereich sich, damit Verformung stattfinden kann, die Versetzungsstruktur beim Antransport weiterer Versetzungen durch Umordnung bzw. Auflösung zuerst erholen muss. Der Erholungsvorgang wird also im Verlauf der Heterogenisierung immer mehr zum geschwindigkeitsbestimmenden Schritt. Die Subkornbildung und damit der Primärbereich sind abgeschlossen, wenn die Erholung mit der Verfestigung, d.h. die Versetzungsvernichtung mit dem Antransport von neu gebildeten Versetzungen im Gleichgewicht ist. Die Kriechrate ist dann stationär. Gleichwohl bleiben die Subkornwände nicht ortsfest, sondern verändern sich

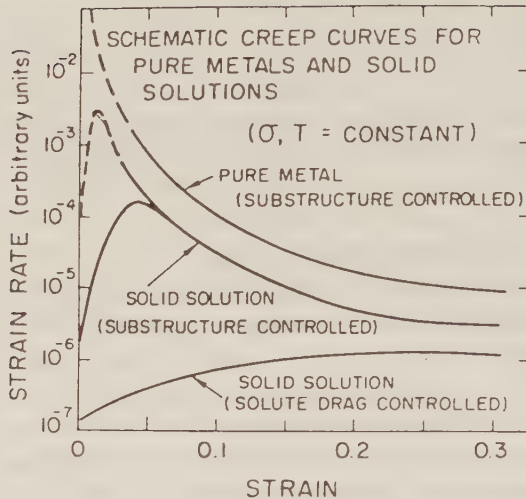


Abb. 2.1: Kriechkurvenverlauf von reinen Metallen und einphasigen Legierungen im Bereich kleiner Dehnung (aus [11/])

fortlaufend bzw. wandern ihrerseits [16/]. Was jedoch bei konstanter Spannung unveränderlich bleibt, ist der mittlere Durchmesser der Subkornverteilung sowie die Dichte der Subkornwände. Eine konstante Versetzungsdichte in der Subkornwand drückt sich gleichzeitig in einem unveränderlichen Kontrast unterschiedlich benachbarter Subkörner bei der TEM-Beobachtung aus. Nix und Ilschner haben die Versetzungsstrukturentwicklung "entlang der Kriechkurve" in einem Diagramm zusammengefasst (Abb. 2.2).

Man kann den Zusammenhang zwischen der Kriechrate und der Versetzungsstruktur durch folgende Transportgleichung

$$\dot{\epsilon} = \rho_{\text{mob}} \cdot b \cdot v \quad (2.1)$$

angeben [1/]. Dabei bedeutet ρ_{mob} die Dichte der beweglichen Versetzungen bzw. v ihre Geschwindigkeit. Bestimmend für v ist das diffusionskontrollierte Klettern von Versetzungsstücken. v hängt ab vom Diffusionskoeffizienten und von der auf die Versetzung wirkenden effektiven Spannung $\sigma - \sigma_i$. Solange Gleitschritte geschwindigkeitsbestimmend sind, ist die ef-

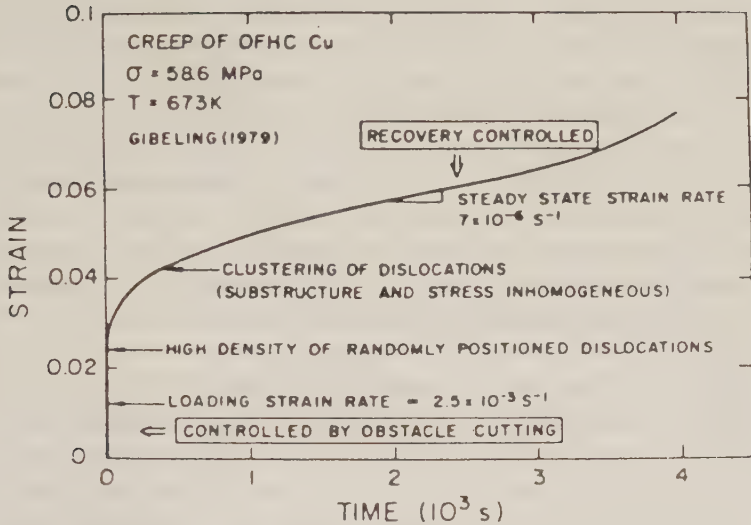


Abb. 2.2: Verformungszustände entlang der Kriechkurve (aus /11/)

fektive Spannung deutlich von Null verschieden. Erholungsbestimmte Verformung drückt sich darin aus, dass sehr hohe innere Spannungsschwellen σ_i zur Aufrechterhaltung der Verformung abgebaut werden müssen.

In Mischkristalllegierungen ist die Beweglichkeit der Versetzungen geringer, da sogenannte solute drag Kräfte die Versetzungsbewegung behindern. Entsprechend ist auch die Anfangskriechrate nicht sehr hoch. Mit zunehmender Versetzungsmultiplikation, die messbar langsam erfolgt, nimmt die Kriechrate zu (Abb. 2.1). Die solute drag Kräfte sind grösser als die Versetzungs-Versetzungs-Wechselwirkung, so dass Verfestigung kaum stattfinden kann. Zu Zell- bzw. Subkornbildung, d.h. zur Heterogenisierung und zum Aufbau anelastischer Rückspannungen, kommt es daher nicht /17/. Nach Sherby und Young /18/ heissen diese Legierungen Class-I-Legierungen. Stationäre Verformung bedeutet bei dieser Versetzungsstruktur gleichbleibende mittlere Maschenweite des homogenen Netzwerks. Die solute drag Kräfte nehmen mit zunehmender Spannung und Temperatur ab.

Reine Metalle und sogenannte Class-I-Legierungen sind Grenzfälle von real auftretenden einphasigen Legierungen. Es wird oft eine Mischung aus beiden beobachtet. Diese Legierungen fallen unter die Bezeichnung Class-II-Legierungen /11/. Zwar weisen die Class-II-Legierungen zu Beginn der Kriechverformung einen Anstieg der Kriechrate wie bei Class-I-Legierungen auf. Diese erreicht aber nach kurzer Verformung ein Maximum und fällt dann wie bei reinen Metallen, jedoch sehr allmählich, zum Stationärbereich ab (Abb. 2.1). Die solute drag Kräfte sind nicht sehr stark, so dass die Versetzungsstruktur heterogenisieren kann; der Heterogenisierungsvorgang ist jedoch gegenüber Reinkristallen verzögert, so dass sich der Stationärbereich wenn überhaupt erst bei grösseren Dehnungen einstellt.

Wie verändert sich der Verformungsmechanismus, wenn das Material Teilchen enthält? Bei tiefen Temperaturen bewirken Teilchen einer zweiten Phase oder Dispersionspartikel einen deutlichen Anstieg der Festigkeit /19/. Abhängig von Grösse und Abstand der Teilchen beruht der Festigkeitsgewinn auf unterschiedlichen Arten der Wechselwirkung der freien Versetzungen mit den Teilchen. Am häufigsten werden der Schneid- und der Orowanprozess genannt /20/. Auch bei höheren - diffusionsfähigen - Temperaturen können diese Prozesse stattfinden. Die Hinderniskraft der Teilchen nimmt dann temperaturabhängig mit der Linienspannung der Versetzung ab. Bei hohen Temperaturen tritt allerdings zu diesen athermischen Wechselwirkungsarten bei kleinen Spannungen als zusätzliche Wechselwirkung das Überklettern der Teilchen hinzu /21/-/23/. Anders als bei der athermischen Wechselwirkung verlassen dabei Versetzungsstücke ihre Gleitebene, um die Teilchen zu überwinden. Das Bild passt gut zur Vorstellung des homogenen dreidimensionalen Netzwerks, das oben bereits als Ausgangsstruktur für die Kriechverformung angesprochen worden ist /14/. Die Maschen des Netzwerks wechselwirken also im Zuge ihrer stetigen Umordnung mit den Teilchen.

Da beim Klettern der Maschen des Netzwerks über ein Teilchen die Netzwerk-knoten als ortsfest angenommen werden dürfen, läuft auch diese Wechselwirkung nicht ohne Versetzungslinienverlängerung ab. Sie ist um so ausgeprägter, je kleiner der Teilchenabstand im Verhältnis zur mittleren Maschenweite ist. Da die Maschenweite der angelegten Spannung umgekehrt proportional ist, nimmt demnach die Hinderniskraft der Teilchen mit abnehmender Spannung zu. Evans und Knowles /22/ geben für diesen Bereich thermisch aktivierter Teilchenüberwindung eine Hindernisspannung an, in die die Teil-

chenverteilungsparameter Durchmesser und Abstand, sowie in schwachem Masse die angelegte Spannung eingeht.

Diese Wechselwirkung findet statt, so lange die Versetzungsstruktur homogen aufgebaut ist, vorzugsweise also dann, wenn alle Versetzungen noch beweglich sind und die thermische Aktivierung ihrer Bewegung den geschwindigkeitsbeständigen Schritt darstellt. Bei reinen Metallen und Class-II-Legierungen ist das nur im Primärbereich, bei Class-I-Legierungen während der gesamten Kriechverformung der Fall. Sobald die Versetzungsstruktur in Form von Subkörnern heterogenisiert, verlieren die Teilchen ihren Charakter als Einzelhindernisse. Es kommt nun sehr entscheidend darauf an, wie die Verteilung der Teilchen in Bezug auf die spannungsabhängige Subkorngröße ist. Da die Subkörner für eine dynamische Gleichgewichtswechselwirkung frei beweglich sein müssen /16/, ist eine Verformungsbehinderung durch die Teilchen etwa in einer Subkornfixierung denkbar /29/, /5/, /24/. Die Frage ist vor allem im Zusammenhang mit Substrukturhärtung von Bedeutung. Umgekehrt ist auch die Frage noch ungeklärt, inwieweit die Teilchenverteilung auf die Subkornbildung einen Einfluss hat.

2. 1.3. Phänomenologische Kriechgesetze

Im Vordergrund des Interesses steht im allgemeinen die Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der stationären Kriechrate. Im idealen Kriechfall umfasst sie als minimale Kriechrate zeitlich, aber auch dehnungsbezogen den Hauptanteil der Kriechkurve. Makroskopisch repräsentiert sie bei konstanter Spannung den dehnungsunabhängigen Teil der differenzierten Kriechkurve, auch wenn ihr, wie aus der obigen Darstellung der Verformungszustände hervorgeht, sehr unterschiedliche Versetzungsmechanismen zugrunde liegen können: Einmal stellt sie das Gleichgewicht von Verdichtung und Vergrößerung eines homogenen dreidimensionalen Versetzungsnetzwerkes dar (Class-I-Legierungen); oder sie ist die Folge von Gleichgewichtsreaktionen bei voll entwickelter Substruktur. Entsprechend muss auch der Primärbereich als Bereich, in dem sich eine Gleichgewichtsstruktur entwickelt, definiert werden. Streng genommen versteht man nur den Fall abgeschlossener Substrukturbildung als stationäre Verformung, bei der sich also die Versetzungsstruktur im dynamischen Gleichgewicht befindet. Blum /15/ bezeichnet diese Definition als mikroskopisch, im Gegensatz zur makroskopischen, die sich eben ohne Strukturbeobachtung auf die Konstanz der Kriechrate bezieht.

Da die Entwicklung einer Gleichgewichtsstruktur nicht für alle Verformungsbedingungen bzw. -Gefüge einheitlich ist, schliesst der Primärbereich bei sehr unterschiedlichen Dehnungen ab. Diese Grenzdehnung kann die in Anwendungsfällen zulässigen Grenzen weit überschreiten. In diesen Fällen ist die Angabe der Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der mikroskopischen stationären Kriechrate wenig hilfreich. In anderen Fällen ist die Entwicklung einer Gleichgewichtsstruktur, sei sie homogen oder heterogen, vor dem Versagen (Bruch) des Materials noch nicht abgeschlossen. Der Bereich konstanter Verformungsgeschwindigkeit unmittelbar vor dem Tertiärbereich ist dann oft nur das Resultat der Überlagerung von abfallendem Primärbereich und ansteigendem Tertiärbereich. Der Tertiärbereich leitet aber den Bruch ein; die ihm zugrunde liegenden Mechanismen haben nichts mit Versetzungskriechen zu tun. Die auf diese Weise gemessene konstante Kriechrate muss also nicht stationären Verformungsverhältnissen entsprechen.

Die Beschreibung der Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der Kriechrate sollte sich deshalb auf vergleichbare Bereiche der Kriechkurve beziehen, bei denen durch Beobachtung der Verformungsstruktur qualitativ weitgehende Übereinstimmung des Verformungszustandes gewährleistet ist. Im Grunde erweitert man damit den Begriff der mikroskopischen stationären Kriechrate, indem man auch "flüchtige Gleichgewichtsverformungszustände" miteinbezieht. Insbesondere bei komplexen mehrphasigen Werkstoffen erscheint dieses Vorgehen unerlässlich, da die zeitliche Veränderung des Gefüges immer neue Reaktionsverhältnisse für die Versetzungsstruktur schafft. Die Angabe mehrerer "relativer" stationärer Kriechraten innerhalb derselben Kriechkurve ist dann durchaus vorstellbar.

Die bei Metallen am häufigsten verwendete Beziehung zur Beschreibung der Spannungsabhängigkeit der stationären Kriechrate ist der Potenzansatz

$$\dot{\epsilon}_S \sim \sigma^n. \quad (2.2)$$

Bei einphasigem Material werden im Fall von Versetzungskriechen Spannungs-exponenten zwischen 3 und 5 gefunden (Abb. 2.3., A), wobei Class-I-Legierungen eher kleinere Werte (d.h. 3) annehmen /11/. Bei sehr kleinen Spannungen, im Bereich von Korngrenzengleiten, kann das Verhalten eines Polykristalls mit Spannungsexponenten von 1 - 2 beschrieben werden /6/, /12/.

Der Ansatz mit Spannungsexponent 4 geht zurück auf Weertmann /25/, der sich damit auf das durch Gitterdiffusion kontrollierte Versetzungsklettern bezieht. Die Temperaturabhängigkeit der Kriechrate lässt sich von daher unmittelbar durch die Aktivierungsenergie der Selbstdiffusion als

$$\dot{\epsilon} \sim \exp(-Q_{SD}/RT) \quad (2.3)$$

angeben.

Der Potenzansatz für die Spannungsabhängigkeit ist anwendbar bis zu Spannungen von etwa 10^{-3} G. Darüber wird ein exponentieller Zusammenhang (Abb. 2.3., B)

$$\dot{\epsilon} \sim \exp(\beta \cdot \sigma) \quad (2.4)$$

beobachtet. Der Übergang ist in der Literatur als "power law breakdown" bekannt geworden /18/,/26/.

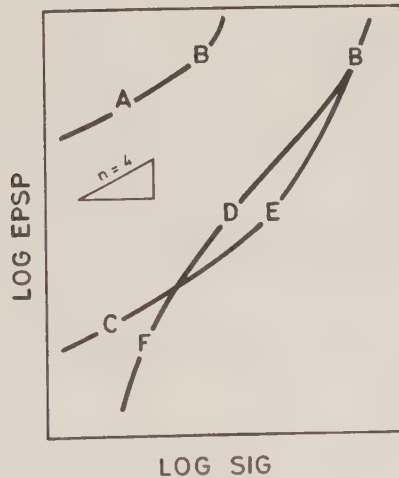


Abb. 2.3: Spannungsabhängigkeit der Kriechrate für verschiedene Stoffgesetze (schematisch, siehe Text)

In teilchengehärteten Legierungen liegen sehr unterschiedliche Abhängigkeiten der Kriechrate von Spannung und Temperatur vor. Der Potenzansatz mit $n = 4$ ist höchstens bereichsweise erfüllt. Das deutet auf unterschiedliche Wechselwirkungsarten in einzelnen Spannungsbereichen hin. Zum Beispiel nimmt Reppich /27/, aufbauend auf Arbeiten von Lagneborg und Bergman /23/, im Falle der γ' -gehärteten Ni-Basislegierungen an, dass die Teilchenkletterspannung bei kleinen Spannungen der Spannung proportional ist

$$\sigma_0 = k \cdot \sigma \quad (2.5)$$

Der Ansatz setzt voraus, dass die Versetzungsbewegung in der Matrix erholungskontrolliert ist, dass sich also langreichweitige innere Spannungen aufgebaut haben, die thermisch aktiviert nicht überwunden werden können /11/. Da σ_0 keinen athermischen Anteil hat, ändert sich in der doppelt-logarithmischen Auftragung

$$\dot{\epsilon}_S \sim (\sigma - \sigma_0)^n = k' \sigma^n \quad (2.6)$$

nichts an der Steigung gegenüber einphasigem Material mit $n = 4$ (Abb. 2.3., C). In der Tat werden ja bei einigen γ' -gehärteten Ni-Basislegierungen bei kleinen Spannungen, also im Bereich des Überkletterns, diese geringen Spannungsabhängigkeiten beobachtet. Zwar hängt k von den Teilchenparametern ab; damit verschiebt sich aber nur das $\dot{\epsilon}$ -Niveau, nicht die Steigung. Zu höheren Spannungen hin wird der Kletterprozess allmählich durch den athermischen Schneid- bzw. Orowanprozess abgelöst (Abb. 2.3., D). Da die athermische Hindernisspannung σ_p nicht von σ abhängt, sondern nur von den Teilchenverteilungsparametern, steht nunmehr für die Kriechverformung nur die effektive Spannung, $\sigma - \sigma_p$, zur Verfügung. In der doppeltlogarithmischen Auftragung führt der Ansatz

$$\dot{\epsilon} \sim (\sigma - \sigma_p)^p \quad (2.7)$$

bei geeigneter Wahl von σ_p dann zu einer Geraden mit $p = 4$, wenn im Potenzansatz (2.2) n mit abnehmender Spannung zunimmt, wenn der Verlauf der Messkurve also rechtsgekrümmt (konkav) ist /5/. Unter der Annahme, dass beide Darstellungen (2.2) und (2.7) äquivalent sind, lässt sich eine Be-

ziehung zwischen n aus Glg. (2.2) und σ_p aus Glg. (2.7) angeben /14/. Die Differenzierung der Gleichungen (2.2) und (2.7) in Bezug auf die Spannung ergibt

$$\frac{d \log \dot{\epsilon}}{d\sigma} = n \frac{1}{\sigma} \quad \text{bzw.} \quad \frac{d \log \dot{\epsilon}}{d\sigma} = p \frac{1}{(\sigma - \sigma_p)}.$$

Da die Spannungsänderung in beiden Fällen die gleiche Änderung in $\dot{\epsilon}$ zur Folge haben soll, ist

$$n \frac{1}{\sigma} = p \frac{1}{\sigma - \sigma_p}, \quad (2.8)$$

wobei p als konstant anzusehen ist. σ_p ist also um so grösser, je grösser n ist.

Obwohl die beiden Ansätze (2.2) und (2.7) also rechnerisch den gleichen Sachverhalt beschreiben, hat (2.7) gegenüber dem wenig anschaulichen Spannungsexponenten n in (2.2) offensichtlich den Vorzug, die gefügecharakteristische Grösse σ_p miteinzubeziehen: Durch Abzug dieser Teilchenhinderungsspannung σ_p kann das Kriechverhalten des teilchengehärteten Materials auf dasjenige einphasigen Materials zurückgeführt werden.

Bei Dispersionsgefügen sind die Teilchen als inert anzusehen; σ_p bleibt dann während der gesamten Einsatzzeit konstant, jedenfalls solange der zugrundeliegende Wechselwirkungsmechanismus gilt. Bei Ausscheidungsgefügen muss die - meist abnehmende - Hinderniswirkung der Ausscheidungen infolge Alterung in Form einer Zeit- (und Temperatur-) Abhängigkeit von σ_p berücksichtigt werden. Da aber die Untersuchung der Gefügeentwicklung im allgemeinen über lange Zeiten weniger aufwendig ist als die Zeitstandprüfung selbst und sicher auch verlässlicher extrapolierbar, stellt diese Beschreibung des Kriechverhaltens einen wichtigen Beitrag im Hinblick auf die Lebensdauervorhersage in der Zeitstandprüfung dar.

Die Anwendung des Ansatzes (2.7) setzt wie erwähnt eine Konkavkrümmung des Messpunkteverlaufs in (2.2) voraus. Dass bei einigen γ' -gehärteten Legierungen die Krümmung im Bereich mittlerer Spannungen gerade umgekehrt verläuft (Abb. 2.3., E), führen die Autoren /27/, /23/ auf die Überlagerung der beiden Wechselwirkungsmechanismen, erholungsbestimmtes Überklettern

bzw. Umgehen, in diesem Spannungsbereich zurück. Bei sehr hohen Spannungen verhindert dann der power-law breakdown mit exponentiellem Kriechverhalten (Glg. (2.4)) die Ausbildung der Rechtskrümmung (Abb. 2.3., B). Andere Autoren /22/ argumentieren, dass die Linkskrümmung bei der Spannungsabhängigkeit von $\dot{\epsilon}$ im Falle von ausscheidungsgehärteten Legierungen, also die Abnahme der Spannungsabhängigkeit mit kleiner werdender Spannung, gerade Ausdruck für die während des Versuchs stattfindende Ausscheidungsalterung ist. Da bei kleinen Spannungen die Versuchsdauer bis zum Erreichen einer vergleichbaren Dehnung länger ist, altert auch das Gefüge stärker, d.h. σ_p nimmt entsprechend stärker ab. Folglich ist nach Abzug von σ_p die effektive Spannung für die Kriechverformung grösser.

Bei vielen teilchengehärteten Legierungen, insbesondere bei Dispersionsgefügen ist allerdings die Messkurve $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$ über den gesamten unteren und mittleren Spannungsbereich rechtsgekrümmt, d.h. n in (2.1) nimmt mit abnehmender Spannung kontinuierlich zu (Abb. 2.3., F, D). Die Messkurve nähert sich somit asymptotisch einer Grenzspannung, unterhalb der Verformung nicht möglich scheint. Diese Schwellspannung ist schon früh als Orowanspannung interpretiert worden /5/, /61/. Jedoch widerspricht bei diffusionsfähigen Temperaturen die Annahme einer unüberwindbaren Barriere den Gesetzen der Thermodynamik /28/: Die Teilchen werden irgendwann durch Klettern überwunden. Gleichwohl ist die "überproportional" zunehmende Hinderniswirkung unverkennbar. Evans und Knowles /22/ geben in ihrem Modell wie oben erwähnt eine Kletterspannung mit athermischer Komponente an. Die Kletterspannung σ_0 ist von der angelegten Spannung zwar abhängig, jedoch trägt die angegebene Beziehung auch der Teilchenverteilung in starkem Masse Rechnung. Die durch den Verlauf der Messpunkte in der Auftragung implizierte Grenzspannung muss daher nicht in strengem Sinn als Schwellspannung angesprochen werden, sondern ist als diejenige Spannung aufzufassen, unterhalb der die Verformungsgeschwindigkeit unmessbar klein wird. In der Praxis lässt sich σ_0 in der gleichen Weise wie σ_p in Ansatz (2.7) verwenden.

2. 2. Aufkohlung

Bei der Glühung austenitischer Werkstoffe an Luft bildet sich im allgemeinen schon nach kurzer Auslagerungszeit eine relativ gleichmässige, geschlossene Oxidschicht auf der Oberfläche aus, die als Diffusionsbarriere die Aufnahme von Elementen der Gasphase ins Innere des Werkstoffs wirksam behindert /30/. Dieser Schutz lässt jedoch mit abnehmendem O_2 -Partialdruck der Atmosphäre nach, wenn sich abhängig von den Legierungselementen des Werkstoffs bei Unterschreiten der Oxidationspotentiale dieser Elemente keine zusammenhängenden Oxidschichten mehr ausbilden können. Die Reaktionsprodukte der eindiffundierenden Elemente lassen sich dabei oft bis in grosse Tiefen eines Bauteils verfolgen. Das Ausmass der Reaktion hängt dabei von der Bildungsenthalpie und der Aktivität dieses Elements in der Legierung ab.

In der Heliumatmosphäre von HTR-Anlagen liegen die Oxidationspotentiale im Bereich zwischen 10^{-15} und 10^{-25} bar O_2 -Partialdruck /31/. Für Legierungen auf Ni-Cr-Basis ist dieser Potentialbereich für die Ausbildung einer zusammenhängenden Cr-Oxidschicht gerade kritisch (Abb. 2.4) /32/. Da die Atmosphäre auch kohlenstoffhaltige Komponenten wie CH_4 und CO enthält, kommt es bei Legierungen dieses Systems im Verlaufe langer Glühzeiten zur Eindiffusion von Kohlenstoff und damit zur Aufkohlung des Materials von der Oberfläche her /34/, /35/. Die kohlenstoffliefernden Zerfallsreaktionen können mit



beschrieben werden. Die Kohlenstoffaktivität errechnet sich dann zu

$$a_C = K_p(T) \frac{p_{CH_4}}{p_{H_2}^2} \quad \text{bzw.} \quad a_C = K_p(T) \frac{p_{CO} \cdot p_{H_2}}{p_{H_2O}}$$

Die Kinetik der Aufkohlung lässt sich analytisch in erster Näherung analog zur inneren Oxidation behandeln /33/. Danach ist die Diffusion des Kohlenstoffs durch die Zone ausgeschiedener Karbide geschwindigkeitsbestimmend. Für das Wachstum der inneren Karbidzone ergibt sich ein parabolisches Zeitgesetz. Während der Aufkohlung ändert sich mit der Kohlenstoffaktivität Zusammensetzung und kristallographische Struktur der Karbide. In Ab-

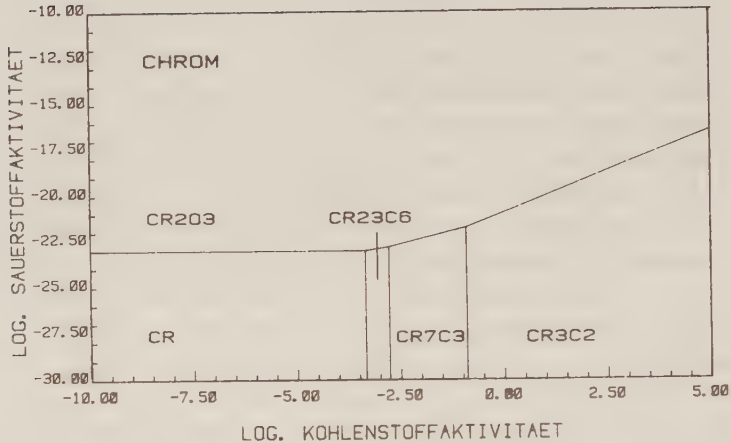


Abb. 2.4: Stabilitätsdiagramm der Cr-Oxide und Cr-Karbide für 950 °C (nach /32/)

bildung 2.4 sind die Stabilitätsbereiche der Karbidarten des Hauptkarbidbildners Cr bei 950 °C in Abhängigkeit von der Kohlenstoffaktivität eingetragen. Entsprechende Aufkohlungsprofile in CH_4H_2 -Atmosphäre werden von Schnaas und Grabke an der Legierung INCOLOY 800 /33/ berichtet (Abb. 2.5). Die Autoren unterscheiden drei Profile: Bei vollständig durchgekohlten Proben besteht die Karbidphase ausschliesslich aus M_7C_3 (Typ A). Die Karbide scheiden sich im Korn und an den Korngrenzen aus. Die zur Hälfte des Probenquerschnitts aufgekohlte Probe weist an der Aufkohlungsfront grosse M_{23}C_6 -Karbide neben den ursprünglich vorhandenen feinverteilten M_{23}C_6 -Karbiden auf (Typ B). Bei sehr niedriger Kohlenstoffaktivität, wenn die Aufkohlung reaktions- oder transportbestimmt ist, bilden sich ausschliesslich M_{23}C_6 -Karbide (Typ C). Sie scheiden sich vorzugsweise an den Korngrenzen aus. Der Gehalt des Hauptkarbidbildners Cr in der Matrix nimmt mit zunehmender Aufkohlung vom Materialinnern zur Oberfläche hin ab. Die Abnahme ist am stärksten im Bereich der M_7C_3 -Karbidstruktur. Dort kann die Cr-Konzentration vom Ausgangswert 22 % auf Werte um 1 bis 2 % abgesenkt werden.

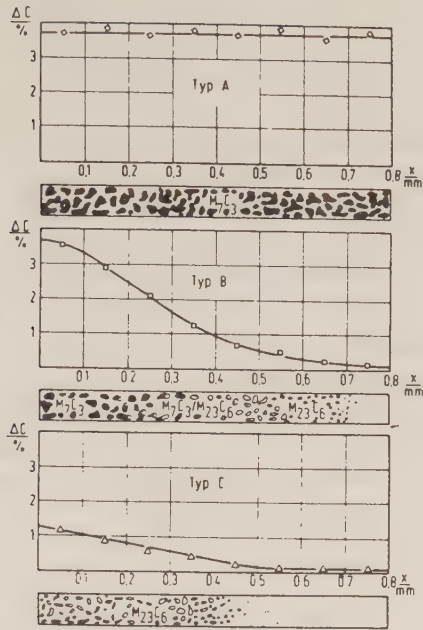


Abb. 2.5: Aufkohlungsprofile (Typ A,B,C, siehe Text; aus /33/)

2. 3. Veränderung der mechanischen Eigenschaften durch die Aufkohlung

Eine einheitliche Beurteilung der Auswirkungen von Aufkohlungsatmosphären auf die mechanischen Eigenschaften der verschiedenen Metalle ist sehr schwierig. Dafür sind die Möglichkeiten, qualitativ und quantitativ unterschiedliche Aufkohlungsprofile zu erzeugen, zu vielfältig. Auch ist das Aufkohlungsprofil in vielen Fällen, in denen mechanische Messungen vorliegen, für eine Korrelation mit den mechanischen Kennwerten nicht hinreichend gut strukturell charakterisiert. Für die Einschätzung des Langzeitverhaltens in den insgesamt langsam aufkohlenden HTR-Anlagen kommt hinzu, dass eine prozessgerechte Simulation der Gefügeverhältnisse im Kurzzeitversuch für Extrapolationszwecke auf reaktionsbedingte Grenzen stößt. Mehr noch als in der "natürlichen" Zeitstandprüfung ist man hier also auf qualitative "Trendmelder" angewiesen.

Als erste Kennzeichnung des mechanischen Verhaltens von Aufkohlungsgefügen sind in diesem Sinne die Warmverformungs-Spannungs-Dehnungskurven an INCOLOY 800 bei 900°C für die drei oben vorgestellten (Kap. 2.2) Gefügetypen A, B, C im Vergleich zu Ausgangsmaterial zu verstehen (Abb. 2.6). Danach erfährt das Gefüge die grösste Härtung bei Typ C, wo neben dem ursprünglichen Karbidgefüge zum Probenrand hin erhöhte Karbidvolumenanteile gebildet worden sind. Offensichtlich ist die Karbidverteilung dabei noch hinreichend fein, so dass für Versetzungen ein verstärktes Hindernisfeld entsteht. Bei Typ B nimmt die Festigkeit wieder ab, da die sehr groben M_7C_3 -Karbide im Durchkohlungsbereich weniger teilchenhärtungsrelevant sein dürften als die ursprünglich vorhandene Population. Gleichzeitig verringert sich in diesem Bereich die Mischkristallhärtung infolge Verarmung der Matrix am Haupt-Mischkristallhärter Cr. Gefügetyp A weist dementsprechend noch geringere Festigkeit auf. Die Duktilität der drei Gefügetypen nimmt ebenfalls mit zunehmender Erfassung des Probenquerschnitts durch die M_7C_3 -Struktur ab. Jedoch liegt bei vollkommener Durchkohlung im Warmzugversuch die Bruchdehnung immerhin bei 20 %.

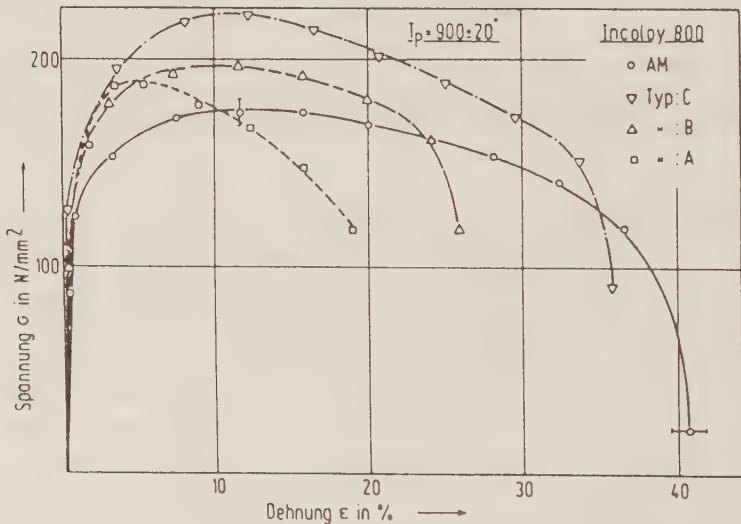


Abb. 2.6: Spannungs-Dehnungskurven von unterschiedlich aufgekohlten Proben im Vergleich zu Ausgangsmaterial (aus /33/)

Kriechversuche am gleichen Werkstoff im Temperaturbereich zwischen 900 ° und 1000 °C sowohl an aufgekohlten Gefügeständen als auch unter aufkohlenden Bedingungen in CH₄-H₂ werden von Bürgel /3/ berichtet. Für die Kriechuntersuchungen (mit konstanter Belastung) unter aufkohlender Atmosphäre ergibt sich infolge der zeitlich zunehmenden Erfassung des Probenquerschnitts ein uneinheitliches Bild (Abb. 2.7.). Im Vergleich zu Versuchen an Luft scheint im Anfangsbereich der Kriechkurve die Kriechrate durch Aufkohlungseinfluss weniger zu verfestigen, während im Bereich grosser Dehnungen die Aufkohlung eine deutliche Herabsetzung der Kriechrate bewirkt. Die Effekte verstärken sich noch bei vorgekohltem Material. Ein eindeutiger Trend in der Spannungsabhängigkeit zeichnet sich nicht ab. Die

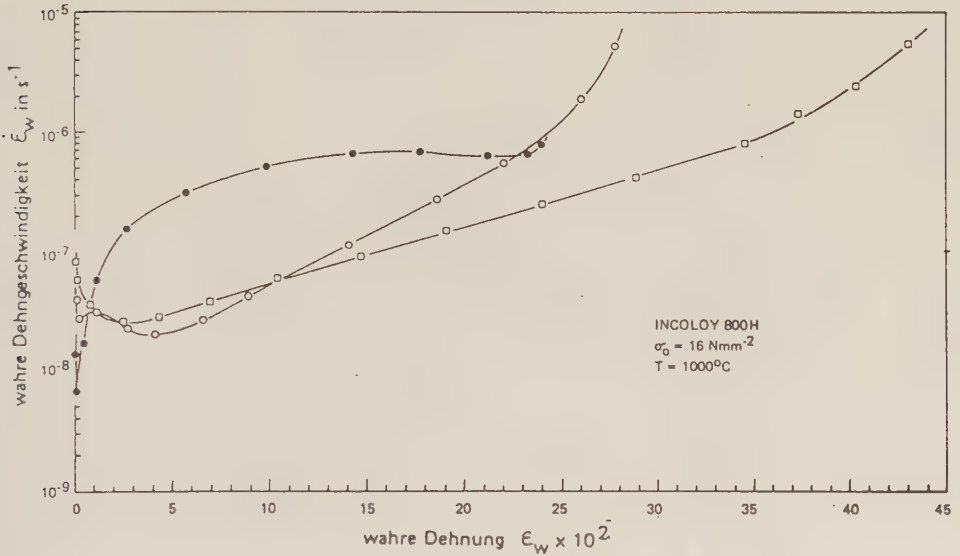


Bild 114 Dehngeschwindigkeit/Dehnungs-Diagramm

- Luft
- CH₄/H₂; $a_c=0,8$; nicht voraufgekocht
- vollständig voraufgekocht

Abb. 2.7: Kriechkurven von INCOLOY 800 bei konstanter Last, Verformung bei 1000 °C an Luft bzw. aufkohlender Atmosphäre (aus /3/)

Bruchdehnung nimmt mit zunehmender Aufkohlung zu. Der Verlauf der Kriechkurve, der bei Verformung an Luft starke Abweichungen vom idealen Kriechfall aufweist, ist nach Aufkohlung wieder deutlich in die drei klassischen Bereiche getrennt.

Die bislang vorliegenden Zeitstandversuche an IN 617 in HTR-Atmosphären erstrecken sich über Prüfzeiten von mehreren -zigtausend Stunden /62/. Sie zeigen weder bei der 1%-Zeitdehngrenze noch bei der Zeitstandfestigkeit nennenswerte Einflüsse im Vergleich zu Luftproben (Abb. 2.8). Zumindest

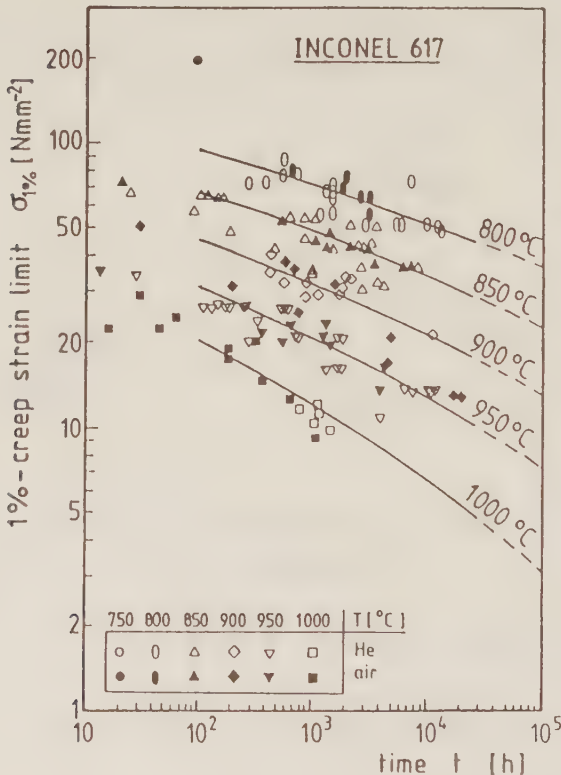


Abb. 2.8: 1%-Zeitdehngrenze von IN 617 für verschiedene Temperaturen an Luft und HHT-Atmosphäre (aus /62/)

ist eine Aussage im Rahmen der Messwertstreuung nicht möglich. Für diese Proben ist allerdings nicht bekannt, welcher Grad an Aufkohlung in der Prüfzeit erreicht worden ist. Die Fragestellung bezieht sich bei diesen Versuchen vielmehr pauschal auf den Einfluss der HTR-Atmosphäre auf das Zeitstandverhalten.

3. EXPERIMENTELLE DURCHFÜHRUNG

3. 1. Probenmaterial und Probennahme

Die Versuche wurden an Blechmaterial folgender Zusammensetzung durchgeführt (Chemische Analyse des Herstellers in Gewichtsprozent):

C	Si	Mn	S	Ni	Cr	Co	Mo	Al	
0.07	0.20	0.03	0.002	55.31	21.78	12.52	8.37	1.23	
0.04	0.21	0.04			22.20	12.30	8.30	1.12	
Fe	Ti	Cu							
0.49	0.32	0.12							
0.50									

Zur mechanischen Charakterisierung standen seitens des Lieferanten folgende Kurzzeitwerte zur Verfügung:

T (°C)	R _{p0.2} (N/mm ²)	R _m (N/mm ²)	Z (%)
20	339	709	61
650	192	509	54
850	189	366	61
950	132	172	53

Das Material lag vor in Form eines Blechabschnittes der Abmessung 200 x 120 x 25 mm, aus dem mittels Funkenerosion parallel zur Walzrichtung 55 Zugprobenrohlinge mit Durchmesser 11 mm entnommen wurden. Die Zugprobenfertigung erfolgte spanabhebend auf einem Drehautomaten. Abbildung 3.1 zeigt die Abmessungen der Zugprobe. Die nominale Messlänge von 30 mm wurde für die Berechnung der Dehnung nicht in eine äquivalente Messlänge umgerechnet.

3. 2. Probenbehandlung

3. 2.1. Auslagerung an Luft

Die Wärmebehandlung erfolgte in je einem Kammerofen bei 800 °, 850 ° und

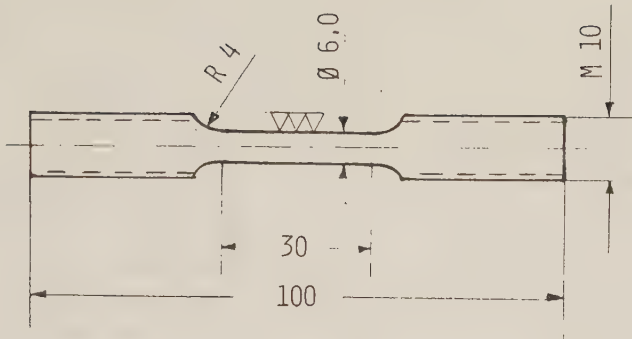


Abb. 3.1: Zugprobe

950 °C an Luft. Dazu wurden die Zugproben in die Bohrungen eines Schamottesteines gelegt, der etwa die Hälfte des Kammervolumens des Ofens umfasste. Die räumliche und zeitliche Temperatureinstellung hatte eine Toleranz von ± 3 °. Nach der Auslagerung wurden die Proben nicht mehr überarbeitet.

3. 2.2. Aufkohlung in $\text{CH}_4\text{-H}_2$

Die Aufkohlung der Zugproben wurde in $\text{CH}_4\text{-H}_2$ -Atmosphäre durchgeführt. Als Versuchsaufbau diente ein vertikal angeordneter Rohröfen mit einem Rezipienten aus INCONEL 600. Die Gasversorgung des Probenraumes erfolgte über eine Gasmischapparatur (Abb. 3.2), bestehend aus 2 unabhängigen Mischkreisen: In der Gasmischapparatur wurden die handelsüblichen Gase (1) zunächst bezüglich O_2 mit einem Oxisorb-Filter (2) nachgereinigt. Zur genau reproduzierbaren Dosierung wurde die Durchflussmenge der Gase durch ein Nadelventil mit Mikrometereinstellung (6) begrenzt. Die Aufrechterhaltung einer laminaren Strömung verlangte eine Beschränkung der Gesamtdurchflussmenge auf maximal 10 l/h. Infolgedessen war bei Kohlenstoffaktivitäten unter 1 (bei der Aufkohlungstemperatur 950 °C) insbesondere die Dosierung der CH_4 -Menge auf Werte unter 1 % kritisch. Während die H_2 -Menge über einen Schwebekörper-Durchflussmesser (8) kontrolliert werden konnte, erfolgte die Einstellung der CH_4 -Menge allein über die zuvor geeichte Mikrome-

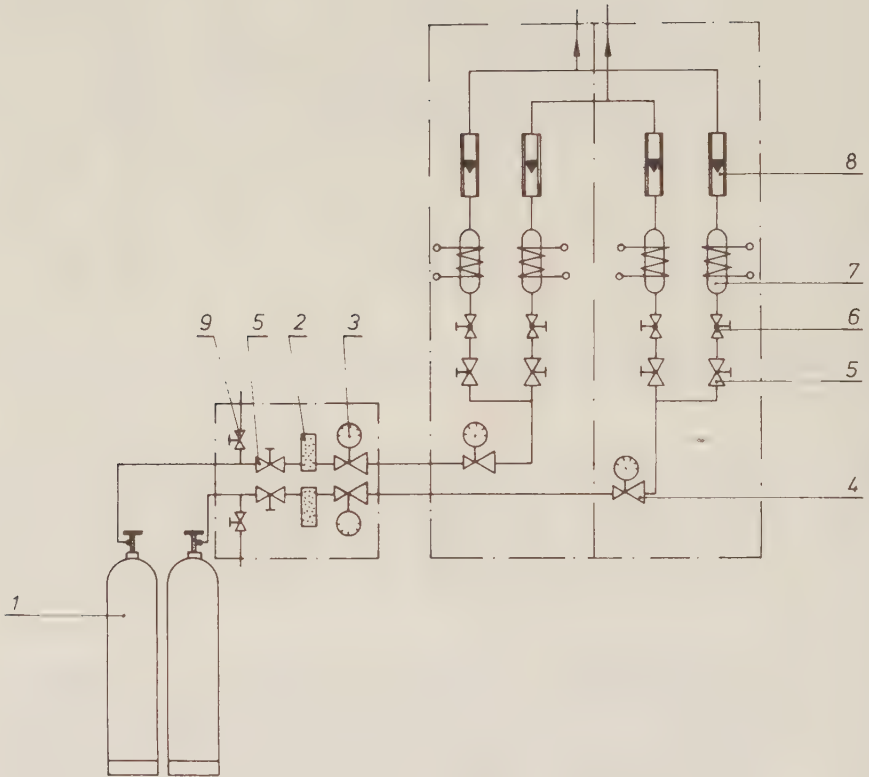


Abb. 3.2: Gasmischapparatur (2 Mischkreise)

- 1) Gasflasche
- 2) OXISORB-Filter
- 3) Hochdruckminderer
- 4) Niederdruckminderer
- 5) Absperrventil
- 6) Nadel-Dosierventil
- 7) Molekularsieb (ausheizbar)
- 8) Strömungsmesser

terschraube des Nadelventils. Nach der Dosierung wurden die beiden Gase zur Trocknung über ein Molekularsieb (7) geleitet und über eine einfache T-Verbindung dem Rezipienten zugeführt. Vor der Gaseinleitung wurde der Rezipient auf ca. 10^{-7} bar evakuiert.

Die Aufkohlung der Zugproben erfolgte bei 950°C und einer Kohlenstoffaktivität > 1 . Die Zugproben wurden zuvor mit einer $50\text{ }\mu\text{m}$ dicken Schicht vernickelt. Vorversuche hatten ergeben, dass die blanke Zugprobe selbst in der reduzierenden $\text{CH}_4\text{-H}_2$ -Atmosphäre in den vorgesehenen Zeiten nicht hinreichend tief aufkohlte. Ein Vergleich der Kohlenstoff-Diffusionsgeschwindigkeit mit den beobachteten Aufkohlungsraten wies auf Grenzreaktionen an der Probenoberfläche als geschwindigkeitsbestimmenden Schritt hin. Da die Legierung in Anwesenheit von O_2 vorzugsweise eine Oxidschicht aus Cr_2O_3 ausbildet, war offensichtlich, dass der O_2 -Partialdruck der verwendeten Gasatmosphäre grösser war als der O_2 -Druck für die Oxidbildung. Erst nach Vernickelung der Zugproben war die Aufkohlungsrate diffusionsbestimmt. (Der O_2 -Druck zur Bildung von NiO liegt bei 10^{-11} bar.)

Die Vernickelung erfolgte galvanisch mit einer Rein-Nickel-Anode. Bei einer Stromdichte von etwa 50 mA/cm^2 erreichte die Schicht in 3 Stunden die Dicke von $50\text{ }\mu\text{m}$.

3. 3. Kriechverformung

3. 3.1. Kriechapparatur

Zur Durchführung der Kriechversuche diente eine Kriechapparatur für konstante Spannung (Abb. 3.3). In Abbildung 3.4 ist der Aufbau der Apparatur im Schema dargestellt:

Die Zugprobe (1) ist - eingespannt zwischen den Zugstangen (2) - in der Mitte des zylinderförmigen Ofens (11) angeordnet. Die Probenaufhängung (Abb. 3.5) ist axialsymmetrisch. Durch die kreuzweise Ausrichtung der Zugstangenbohrung zur Aufnahme der Proben-Einspannkeile wird ein kardanischer Effekt erzielt, der zusammen mit den Kardangelenken (Abb. 3.4 (3)) an den Enden der Zugstangen das Auftreten von Biegemomenten weitgehend ausschliessen soll. Die Gewindekeile gleiten auf ihrer Gegenfläche nicht nur

nach innen, sondern können sich auch, soweit es der Trennspace zwischen den Keilen zulässt, um die Gleitflächennormale drehen. Die Biegemomente wurden mit einer DMS-instrumentierten Zugprobe (120 °-Anordnung) überprüft. Bei der Prüfung konnte durch geringfügiges Verrücken der Spannkeile völlige Biegemomentfreiheit erreicht werden. Im ungünstigsten Fall wies die Spannung in gegenüberliegenden Aussenfasern der Zugprobe einen Unterschied $\pm 8 \%$ im Vergleich zur Nominalspannung auf.

Die kraftübertragenden Teile im Ofenbereich, Einspannköpfe und Gewindekeile (Abb. 3.6 (2)), bestehen aus NIMONIC 90. Bei mindestens zehnfachem tragenden Querschnitt der Einspannteile im Vergleich zur Probenquerschnittsfläche stellt die Verwendung dieser Legierung auch noch bei 950 °C einen guten Kompromiss zwischen Festigkeit und Korrosionsbeständigkeit dar. Ausserhalb des Ofens sind beide Zugstangen innen wassergekühlt (Abb. 3.6). Die Strahlungsbleche (3) an den Enden der Einspannköpfe verhindern Wärmekonvektion und -abstrahlung.

Der vertikale Ofen (Abb. 3.6) ist als Dreizonenofen ausgelegt. Die 15 Spiralen der 3 Wicklungen (4) aus KANTHAL-A1-Draht (Durchmesser 1.2 mm) werden von je einem Keramikformkörper (5) gehalten. Der Widerstand der Wicklungen ist so dimensioniert, dass die Netzspannung unmittelbar, also ohne Zwischenschaltung von Transformatoren über Thyristorstellglieder, (EUROTHERM Typ 031), eingespeist werden kann. Die beiden Aussenzonen (2'000 W) nehmen eine höhere Leistung als die Mittelzone (1'500 W) auf. Zur Vermeidung eines Temperaturgradienten entlang der Probe wird jede Zone separat geregelt. Der Temperaturfühler (10) (Pt 10 % Rh-Pt-Thermoelement) sitzt bei der Aussenzone direkt an der Wicklung, bei der Mittelzone ist er mit Ni-Draht an die Zugprobe festgebunden. Der Codierschalter der PID-Impulsgruppenregler (EUROTHERM Typ 090) gewährleistet eine Reproduzierbarkeit von 0.1 %. Die Langzeitstabilität über 30 Tage beträgt ebenfalls 0.1 % des Stellwerts. Ofenmantel und Stirnseiten sind wassergekühlt (7;9). Die Kühlung soll unter anderem dazu beitragen, dem Ofen im Hinblick auf Temperaturwechsel geringe thermische Trägheit zu verleihen. Für Versuche unter kontrollierter Atmosphäre umschliesst die Ofenheizung einen Rezipienten aus INCONEL 600 (Abb. 3.6 (8)), der am oberen Ende in den Messraum (Abb. 3.4 (12)) übergeht und am unteren Ende über einen Kompensator (13) mittels O-Ring zur Zugstange hin abgedichtet ist. Die Abdichtung zwischen Messraum und oberer Zugstange erfolgt ebenfalls über einen Kompensator. Zur Verfor-

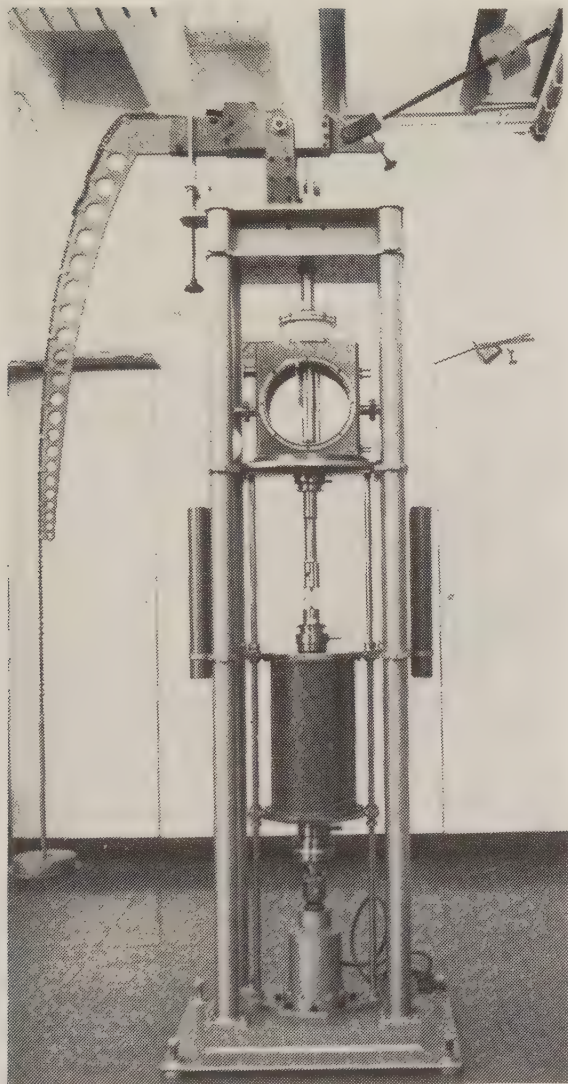
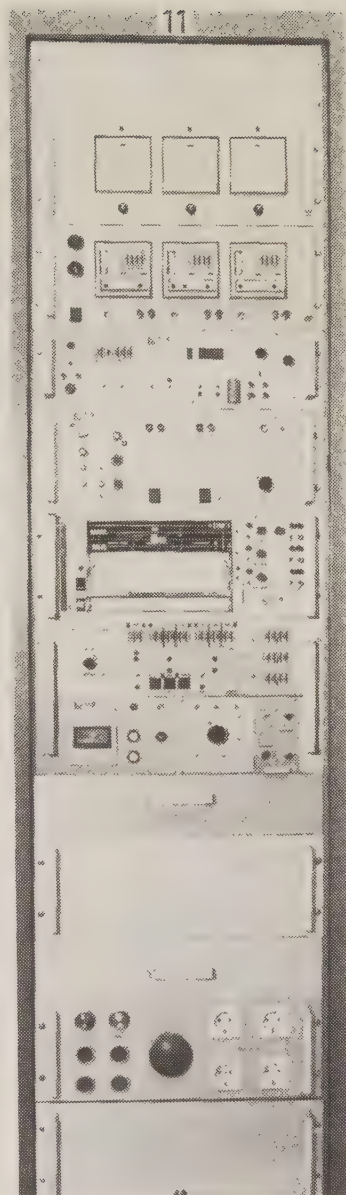


Abb. 3.3: Kriechapparatur



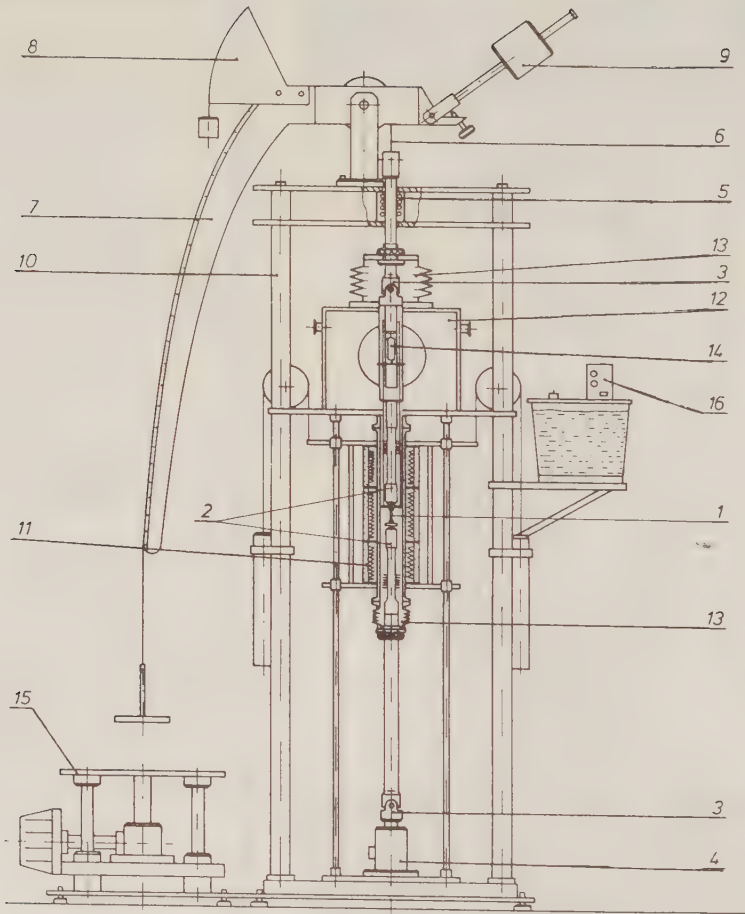


Abb. 3.4: Kriechapparatur für konstante Spannung

- | | |
|---------------------|-----------------------|
| 1) Zugprobe | 9) Gegengewicht |
| 2) Zugstangen | 10) Rahmen |
| 3) Kreuzgelenke | 11) Ofen |
| 4) Kraftmessdose | 12) Messraum |
| 5) Kugelführung | 13) Metallbad |
| 6) Drahtseil | 14) Dehnungsaufnehmer |
| 7) Hebelarm | 15) Hubtisch |
| 8) Ausgleichgewicht | 16) Thermostat |

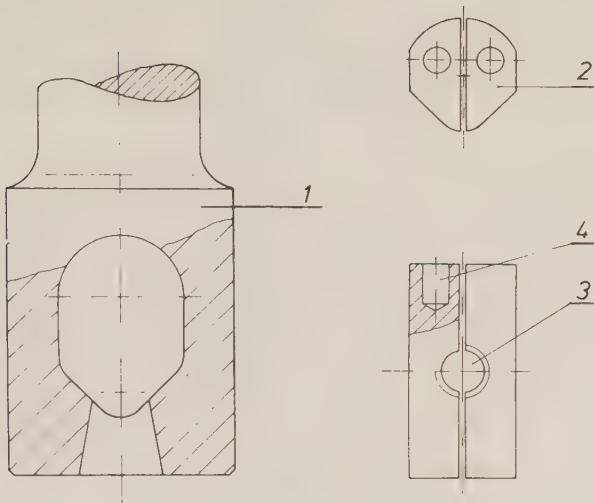


Abb. 3.5: Probeneinspannung

- 1) Zugstangenkopf, 2) Gewindekeil, 3) Probenaufnahmegewinde
4) Einrichtbohrungen

mung in H_2 - oder He -Atmosphäre müssen die Kompensatoren als Metall-Membranbälge ausgeführt sein.

Im Messraum befindet sich der induktive Dehnungsaufnehmer (Abb. 3.4(14)) zur Aufnahme der Längenänderung der Probe. Die Dehnungsmessung erfolgt differentiell, d.h. die Probenlänge wird unabhängig von der elastischen Verformung des Zuggestänges mittels dünner Quarzglas-Messstangen (Durchmesser 5 mm) (Abb. 3.7 (3)) in den Messraum übertragen. Die 4 Messstangen werden von je einem Teflonlager reibungsarm geführt. Sie sitzen paarweise am unteren bzw. oberen Ende der Probenmesslänge auf einem auf das Probengewinde geschraubten Halter (2a,2b) auf und verrücken einerseits den Anker, andererseits den Spulenkörper des Dehnungsaufnehmers. Dazu sind die Messstangen an ihrem oberen Ende paarweise über einen Bügel (4a,4b) miteinander verbunden. Die parallelogrammartige Anordnung der Messstangen soll Verkippungen des Messstangenhalters sowie etwaige Biegemomente ausmitteln.

Die Spule des Dehnungsaufnehmers ist nicht gesondert geführt; sie ist zur Thermostatisierung mit einem doppelwandigen Kühlmantel versehen, der auf dem entsprechenden Messstangenbügel (4a) befestigt ist. Thermostatisierung und Umlauf des "Kühlwassers" besorgt ein Einhänge-Thermostat (HAAKE) (Abb. 3.4 (16)) in einem geschlossenen Kreislauf bei einer Temperatur von 32°C .

Bevor das Gleichspannungssignal des Dehnungsaufnehmers aufgezeichnet wird, wird es einem automatischen Spannungskompensationsgerät (Abb. 3.7) zugeführt, welches den Schreiberbereich bis zu hundertfach auszunutzen gestattet. Dadurch kann die Auflösung bei der Dehnungsaufzeichnung erheblich gesteigert werden. Die Dehnungsauflösung kann sowohl über die Kompensationsschrittbreite (50 - 400 mV), als auch über die Vorverstärkungsstufe (1 - 10) vorgewählt werden. Sie wird durch elektronisches Rauschen, durch Reibung der Messstangen in den Teflonlagern sowie über lokale Temperaturschwankungen beschränkt. In günstigen Fällen betrug sie bei 30 mm Probenmesslänge 10^{-5} . Die Genauigkeit der Verformungsgeschwindigkeit, geprüft über einen Zeitraum von 100 Stunden, war nicht besser als $\pm 5 \cdot 10^{-11} \text{ s}^{-1}$.

Die Lastaufbringung erfolgt über Gewichte, die über eine Kette auf den Hebelarm (Abb. 3.4 (7)) wirken. Damit die Spannung mit zunehmender Verformung konstant bleibt, läuft der Hebelarm in einer Kurvenscheibe aus, die so berechnet ist, dass das von den Gewichten ausgeübte Moment umgekehrt proportional zur Querschnittsverminderung der Probe abnimmt (Andrade-Hebelarm). Die Anwendung dieses Prinzips setzt Gleichmassdehnung voraus. Den kurzen Hebelarm (Hebelverhältnis 10:1) bildet eine Kreisscheibe, die über ein Stahlseil (6) die obere Zugstange trägt. Um eine axiale Rotation der Zugstange zu vermeiden, ist diese mittels einer Linearkugelführung (5) in der Deckplatte des Rahmens (8) geführt. Das Hebelsystem muss in jeder Position im metastabilen Gleichgewicht sein. Das Gegengewicht (9) für den Lastarm ist daher in Ausladung und Anstellwinkel verstellbar. Das Gewicht der oberen Zugstange (ca. 10 kg), deren Schwerpunkt wegen der Aufhängung am Drahtseil horizontal unveränderlich ist, bedingt zum Ausgleich lastarmseitig ein entsprechendes Gegengewicht (8). Jede Kurvenscheibe ist für eine bestimmte Ausgangsprobenlänge berechnet. Da jede Längenänderung des Zuggestänges eine Probenverlängerung oder -verkürzung vortäuscht, ist der Andrade-Arm zur Einhaltung der konstanten Spannung nicht sehr genau

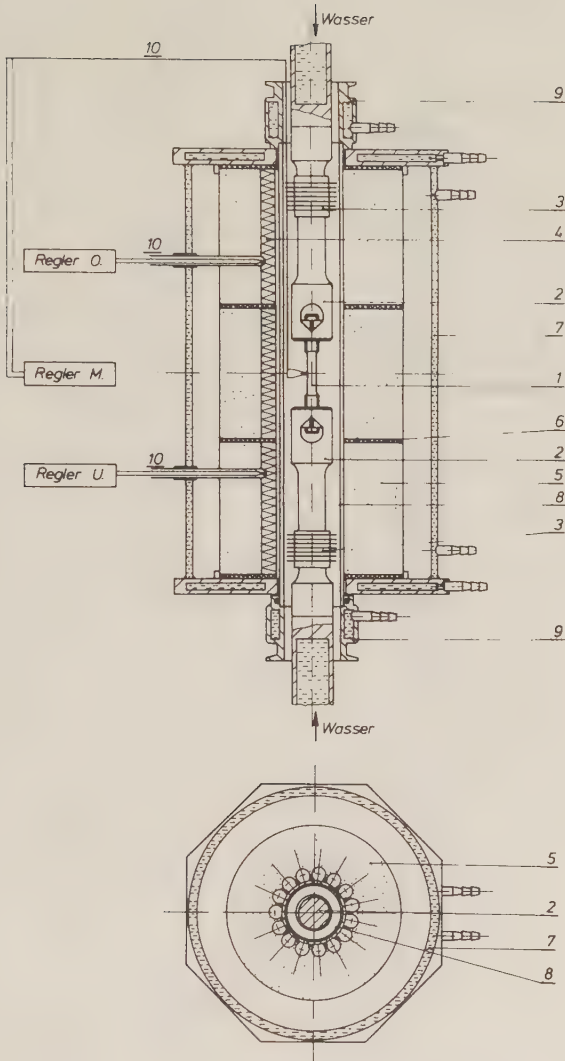


Abb. 3.6: Ofen

- | | |
|----------------------|-------------------------------|
| 1) Zugprobe | 6) Asbestring |
| 2) Zugstangen | 7) Ofenmantel (gekühlt) |
| 3) Strahlungsbleche | 8) Gas-Rezipient |
| 4) Ofenwicklung | 9) Anschlussflansch (gekühlt) |
| 5) Keramikformkörper | 10) Regelthermoelemente |

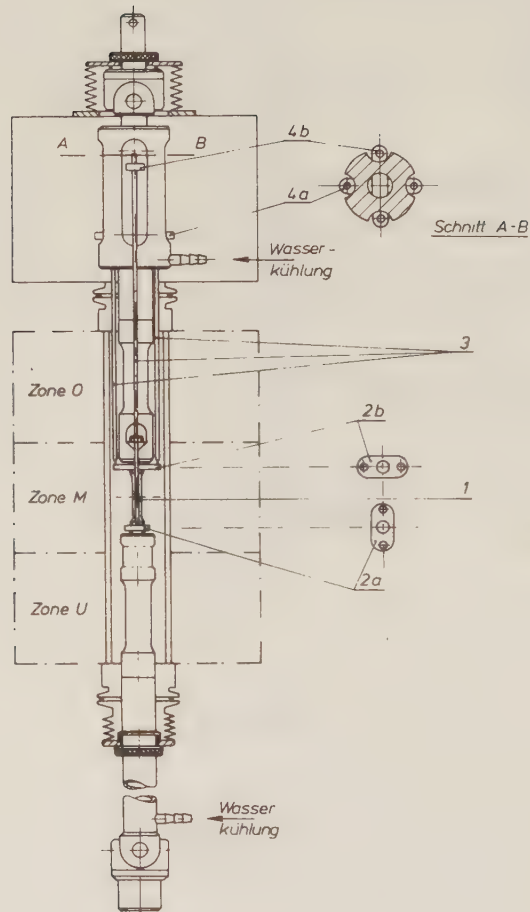


Abb. 3.7: Dehnungsmessung

- 1) Zugprobe
- 2a,2b) Messstangenhalter
- 3) Quarzglasmessstangen
- 4a,4b) Bügel zur Befestigung des Dehnungsaufnehmers

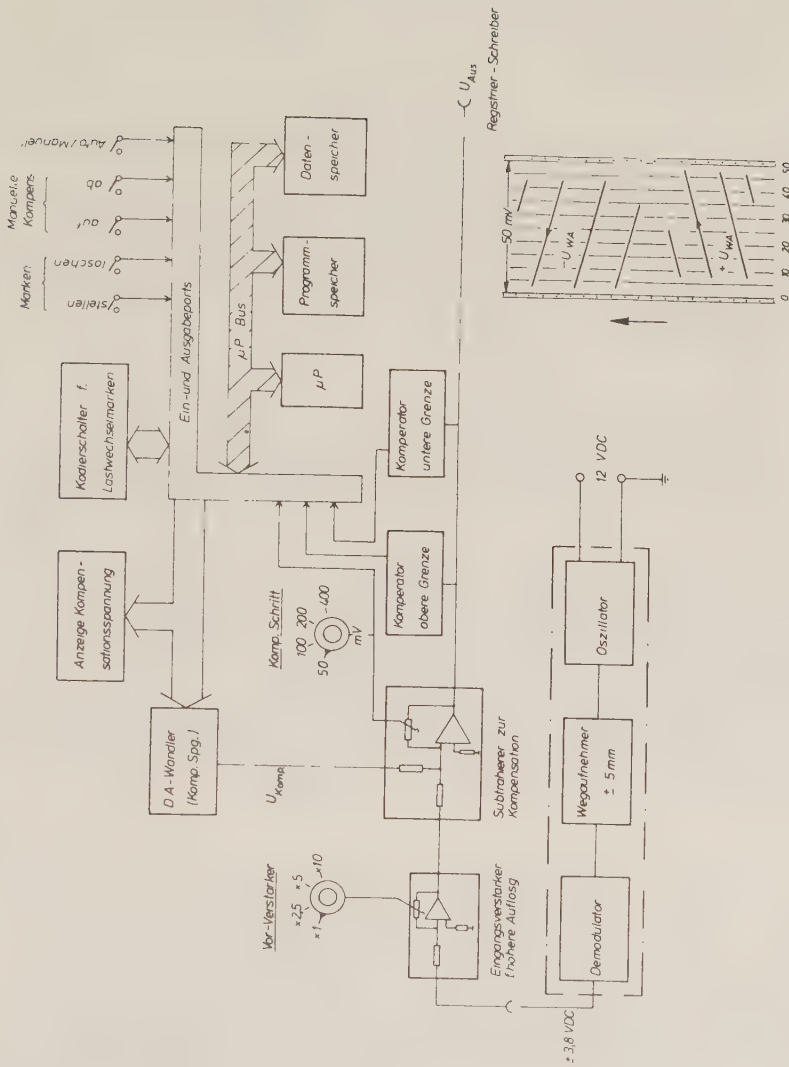


Abb. 3.8: Prinzipschaltbild für Spannungskompensation des Dehnungsaufnehmers

($\pm 2\%$). Der Kraftverlauf kann aber über eine Kraftmessdose (4) am unteren Ende der unteren Zugstange kontrolliert werden.

Um die Lastaufbringung möglichst stossfrei zu halten, insbesondere aber zur programmgesteuerten Belastung bei Lastwechseln, dient eine Lastwechselseinheit (Abb. 3.4 (15)), ein Hubtisch mit motorgetriebener Spindel, der entweder durch Handschaltung oder einen Signalprogrammierer gesteuert werden kann. Die Signalmarken des Programmiers können wahlweise als Zeitvorgabe oder als Marken am Kompensationsgerät der Dehnungsmessung eingestellt werden. Der Programmierer kann auch zur Temperaturwechselsteuerung verwendet werden, indem er bei Erreichen einer Zeit- oder Dehnungsmarke dem Ofenregler einen vorgewählten Temperatur-Fremdsollwert einspeist. Während der Temperaturänderung kann die Probe entlastet werden.

3. 3.2. Auswertung der Kriechkurven

Die Kriechkurve liegt zunächst vor in Form des Dehnungsaufnehmer-Signals in Funktion der Zeit. Über die Eichgrösse des Dehnungsaufnehmers (mV/mm) erhält man die Probenverlängerung als Funktion der Zeit und schliesslich die Kriechkurve $\epsilon(t)$, wobei die Dehnung als wahre Dehnung angegeben wird. Dieser Vorgang der Datenerfassung und ersten Aufbereitung wird durch ein Digitalisierungstablett wesentlich erleichtert, mit dem die Schreiberkurve in diskreter Form einem Rechner zugeführt werden kann. Insbesondere bei hoher Dehnungsauflösung, wenn die Kriechkurve infolge der elektrischen Spannungskompensation am Registrierschreiber in vielen Teilabschnitten vorliegt (vgl. Schema in Abb. 3.8), ist die rechnergestützte Erfassung vorzuziehen.

Nach Erfassung der Kriechkurve wird diese in den meisten Fällen nach der Zeit differenziert und als Kriechrate entweder in Funktion der Zeit $\dot{\epsilon}(t)$ oder der Dehnung $\dot{\epsilon}(\epsilon)$ dargestellt. Die Berechnung der Ableitung erfolgt über regressive Anpassung von jeweils 7 digitalisierten Punkten an ein Polynom 2. Grades. Die Kriechrate $d\epsilon/dt$ wird jedoch nur für den 4. (mittleren) Punkt des Polynomzuges bestimmt. Danach werden für die 6 letzten Punkte des Kurvenabschnitts und den nächsten Punkt der digitalisierten Messkurve neue Polynomkoeffizienten ermittelt und die Kriechrate wiederum dem mittleren Punkt zugeordnet. Lediglich am Anfang und Ende der Kriech-

kurve bzw. vor und nach versuchsbedingten Unstetigkeiten (Last- und Temperaturwechsel) werden die Koeffizienten des ersten (letzten) Polynomzuges für die Berechnung der Kriechrate in den ersten (letzten) 4 Punkten verwendet.

3. 4. Struktur- und Gefügeuntersuchungen

3. 4.1. Lichtmikroskop und Rasterelektronenmikroskop (REM)

Zur Beobachtung des Korngefüges sowie zur Einschätzung der Karbidverteilung in ausgelagerten Proben genügten im allgemeinen Vergrößerungen von 500-fach im Lichtmikroskop. Das REM kam nur in wenigen Fällen für die Darstellung des Phasengefüges bei höheren Vergrößerungen zum Einsatz. Jedoch war das REM in Verbindung mit der energiedispersiven Röntgenanalyse (EDAX) für grossflächige Elementverteilungsabbildungen insbesondere dann unentbehrlich, wenn die Elementanalyse im TEM wegen der kleinen (eher zufällig erschlossenen) Probenbereiche nicht repräsentativ war. Die Untersuchung erfolgte in einem REM vom Typ Jeol JSM U3.

Die Präparation für Lichtmikroskop und REM war die gleiche. Die kompakten Schiffe wurden poliert und in verdünnter Phosphorsäure (5%-ig) bei 3 - 4 V während 5 - 10 s elektrolytisch geätzt. Die Ätzung erlaubt im Lichtmikroskop ohne zusätzliche Hilfsmittel die farbliche Unterscheidung von $Ti(C,N)$ - und $M_{23}C_6$ -Phase. Auch für aufgekohlte Gefüge ist diese Ätzung gut geeignet: Allerdings werden Karbide in den Randzonen der (i.a. zylindrischen) Schiffe herausgelöst. Es ist nicht klar, ob dies mit der Grösse dieser Randzonenkarbide oder eher mit deren Strukturart in Zusammenhang steht.

3. 4.2. Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Das TEM diente einerseits der Phasenerkennung durch Elektronen-Beugung- und EDAX-Elementanalyse im Feinbereich, andererseits zur Beobachtung der Versetzungsstruktur. Dazu stand ein Gerät des Typs Philips EM 400 mit EDAX- und STEM-Zusatz (Scanning-Transmission-Electron-Microscope) zur Verfügung. Der Vorteil bei der Verbindung eines TEM mit der EDAX-Analyse besteht darin, dass das in Kompaktproben in der Tiefe mitangeregte Probenvo-

lumen bei dünnen TEM-Folien vermieden wird. Auch ist die laterale Auflösung wegen des feiner fokussierten Elektronenstrahls um mehr als 1 Größenordnung besser als im REM. Der mit dem Energieanalysator verbundene Kleinrechner gestattet die Umrechnung der Spektren in Gewichtsanteile der einzelnen Elemente einer Phase.

Die Bestimmung der Phasenstruktur erfolgte über die Auswertung von Elektronenbeugungsbildern. Da die auftretenden Karbidphasen fast ausnahmslos kubische Struktur haben, war die Auswertung nicht sehr aufwendig. Als Eichpräparat diente eine Probe aus Rein-Al, dessen Beugungsgitter bei unveränderter Kamerakonstante aufgenommen wurde. Je nach absoluter Grösse der Gitterkonstanten lag der Auswertefehler zwischen 0.005 und 0.01 nm.

Die Darstellung der Versetzungsstruktur, insbesondere im Falle von Substrukturen, erforderte wegen starker Orientierungsunterschiede benachbarter Bereiche die Abbildung bei höheren Vergrösserungen, als der Durchstrahlbarkeitsbereich zulies. Die Aufnahmen konnten danach zu einer Montage zusammengefügt werden.

Die TEM-Probenpräparation folgte den Standardempfehlungen für austenitische Stähle und Ni-Basislegierungen: Das Material wurde durch Sägen (Diamantsäge ISOMET), Schleifen und Polieren mechanisch für die elektrolytische Dünnung vorbereitet. Die Dünnung der Scheibchen von 3 mm Durchmesser und 0.15 mm Dicke erfolgte mittels einer Düsenstrahl-Apparatur (STRUERS TENUPOL) in einem Gemisch von Essigsäure/Perchlorsäure (10:1) bei einer Spannung von 32 V und einer Temperatur von 8 °C.

4. MESSERGEBNISSE UND DISKUSSION

4. 1. Materialeigenschaften und Mikrostruktur ohne Verformung

4. 1.1. Neumaterial

4. 1.1.1. Korngefüge

Das Korngefüge des lösungsgeglühten Blechmaterials lässt quer zur Walzrichtung keinerlei Vorzugsorientierung erkennen. In Walzrichtung, die bei den hier durchgeführten Kriechversuchen gleichzeitig Zugrichtung ist, sind die Körner ebenfalls äquiaxial (Abb. 4.1), lediglich die Anordnung von groben Partikeln, die sich während der Rekristallisationsglühung nicht auflösen, deutet die Walzrichtung in einzelnen Körnern an. Beide Richtungen sind durch starke Zwillingsbildung gekennzeichnet /36/. Aus der Korngrössenverteilung ergibt sich ein Mittelwert von ca. 500 μm . Die Verteilung ist sehr breit; die Standardabweichung aus über 1300 Körnern umfasst Korngrössen von 100 - 1300 μm . Zwillinge sind in der Verteilung nicht berücksichtigt.

4. 1.1.2. Zusammensetzung und Mikrogefüge

Die Nennzusammensetzung der hier ausschliesslich verwendeten Materialcharge kann hinsichtlich der Metallkomponenten bis auf Ti, Al und Mo mit der energiedispersiven Punktanalyse im TEM innerhalb der Nachweisgrenzen gut bestätigt werden. Abb. 4.2 zeigt das zugehörige EDAX-Spektrum sowie Tab. 4.1 einen Vergleich der Herstellerangaben mit den hier ermittelten Werten.

Ti ist offensichtlich vollkommen in Form von groben Partikeln abgebunden, die, wie oben schon erwähnt, auch während der Rekristallisationsglühung bei 1150 $^{\circ}\text{C}$ stabil bleiben /37/. Dies zeigt auch ihre Anordnung in vielen Fällen, die auf eine Behinderung der Korngrenzenbewegung während der Rekristallisation hindeutet (Abb. 4.3). Ihre Form ist durchweg kantig, oft würfelförmig. Hinweise auf eine Formbeeinträchtigung der Partikel durch die thermo-mechanische Vorgeschichte des Materials liegen nicht vor.

Der Metallanteil der Verbindung, aus der die Partikel aufgebaut sind, besteht bis auf einen geringen Prozentsatz Cr ausschliesslich aus Ti /38/.

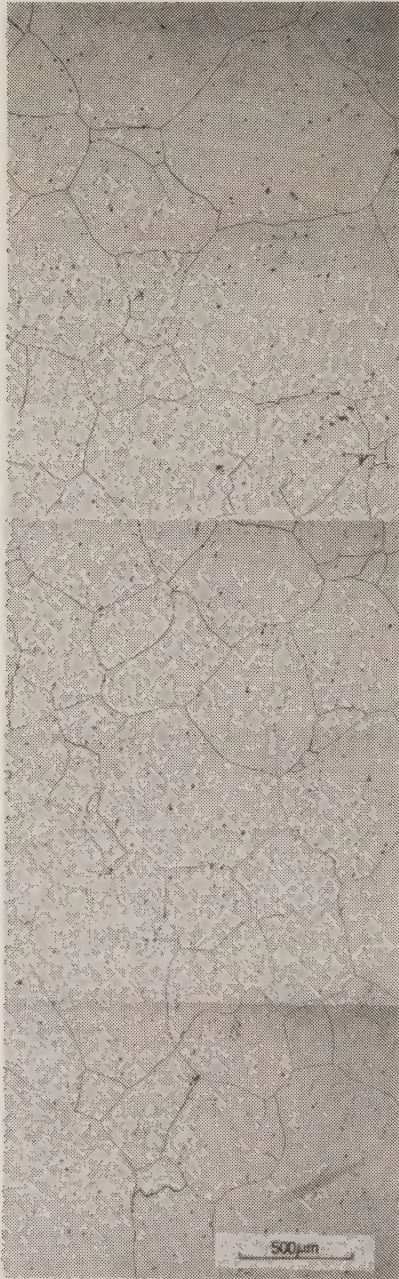


Abb. 4.1:

Korngefüge parallel zur Walz-
richtung (aus /32/)

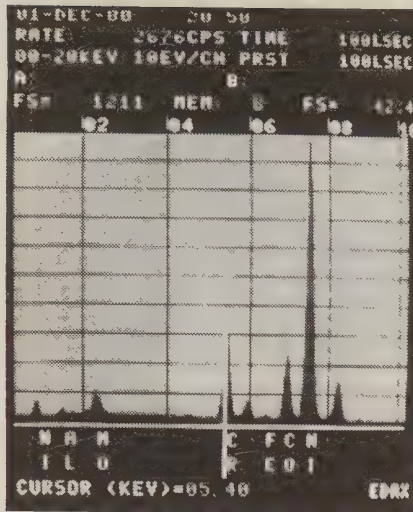


Abb. 4.2: EDAX-Spektrum (TEM) der Matrix von Neumaterial

	C	Ni	Cr	Co	Mo	Al	Fe	Ti
Hersteller	0.04	55.3	21.8	12.3	8.3	1.12	0.50	0.32
	0.07		22.2	12.5	8.4	1.23		
EDAX	-	54.8	23.2	12.3	7.6	1.7	0.5	-

Tab. 4.1: Matrix-Zusammensetzung nach der EDAX-Methode im Vergleich zur chemischen Analyse des Herstellers (in Gew.-%)

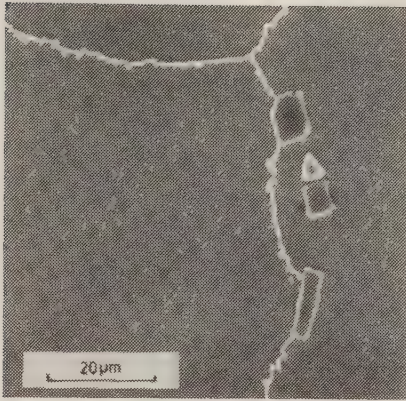
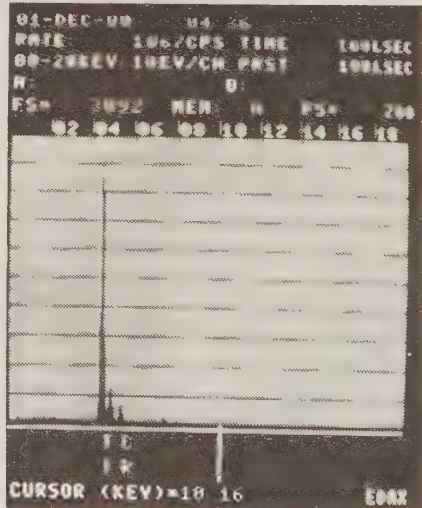


Abb. 4.3: Ti(C,N)-Partikel auf der Korngrenze (REM-Aufnahme)



a)



b)

Abb. 4.4: Ti(C,N)-Partikel im Korn

- a) TEM-Aufnahme
- b) EDAX-Spektrum (TEM)

Über die Nichtmetallkomponenten lässt die energiedispersive Analyse keine Aussage zu. Allein das lichtmikroskopische Erscheinungsbild der Partikel nach Ätzung in verdünnter H_3PO_4 weist auf eine Mischphase aus Titan-karbonitrid hin. Die orange-gelbe Farbe spricht für einen hohen N-Anteil an der Verbindung (die Karbidphase wäre eher rosa /38/). Auch die Auswertung von Elektronenbeugungsbildern der inkohärenten kfz-Verbindung mit einer Gitterkonstanten von 0.421 ± 0.005 nm verstärkt den Hinweis in Richtung auf Titanitrid der Form TiN (Abb. 4.4). Denn Erdös /38/ gibt für reines TiC eine mittlere Gitterkonstante von 0.431 nm und für reines TiN von 0.424 nm an. Wenn man auch diese Differenzierung allein auf der Basis von Elektronenbeugungsaufnahmen mit Vorbehalt betrachten wird, so dürfte doch, gestützt auf die zusätzliche Analyse des lichtmikroskopischen Erscheinungsbildes, die hier vorliegende Titanverbindung damit als $Ti(C,N)$ mit sehr geringem C-Gehalt angesprochen werden und zwar, wie die einheitliche Färbung der Partikel im Lichtmikroskop zeigt, als homogene Phase. Mikrosondenuntersuchungen (wellenlängendispersiv) von Takahashi u.a. /10/ an IN 617 mit einem C-Gehalt von 0.072 % finden hingegen ein von einem schmalen TiC -Saum umgebenes reines TiN .

Neben den kantigen Block-Karbonitriden sind beim lösungsgeglühten Zustand im Korninnern keine weiteren Phasen nachweisbar. Die meisten Korngrenzen lassen jedoch im TEM deutlich eine dünne Belegung mit Ausscheidungen erkennen (Abb. 4.5). Auch an inkohärenten Zwillingsgrenzen sind Ausscheidungen zu sehen (Abb. 4.6) (vgl. /36/,/50/). Die Belegung ist allerdings nicht kontinuierlich. Die Metallkomponenten der Ausscheidungen (vgl. Abb. 4.16) sind im wesentlichen Cr und Mo in einem Verhältnis von ungefähr 87:7 (at %). Bei dem kleinen Ni- bzw. Co-Peak (zus. 6 %) im EDAX-Spektrum (vgl. Abb. 4.16) könnte es sich u.U. um eine Mitanregung der Matrix handeln. Aus der Elektronenbeugung ergibt sich eine Gitterkonstante von 1.068 ± 0.012 nm. Die Ausscheidungen sind kohärent mit der Matrix in einem Verhältnis der Gitterkonstanten von 3:1, so dass sie aus dem Vergleich mit der Literatur als $(Cr,Mo)_{23}C_6$ angesprochen werden können. Je nach Zusammensetzung gibt Collins /40/ eine Variationsbreite der Gitterkonstanten dieses Karbidtyps von 1.048 - 1.088 nm an. Erdös /38/ beschreibt seine Zusammensetzung in austenitischer Matrix als $Cr_{23}Mo_2C_6 \cdot M_{23}C_6$, wobei M als Ni, Co (vgl. oben), Fe ins Kristallgitter aufgenommen werden können. Die Gitterkonstante der Matrix liegt mit 0.356 nm im erwarteten Bereich zwischen 0.353 und 0.360 nm /38/.

Die Versetzungsdichte in Neumaterial schwankt von TEM-Probe zu TEM-Probe bzw. von Korn zu Korn erheblich, ist aber im Mittel gering (Abb. 4.7). Eine Verformung einzelner TEM-Folien während der Präparation ist hier nicht ganz auszuschliessen. Es ist aber auch durchaus vorstellbar, dass die im Korngrössenmassstab inhomogene Versetzungsstruktur auf eine nicht ganz abgeschlossene Rekristallisation in einigen Probenbereichen hindeutet. Die breite Korngrössenverteilung könnte ein weiterer Hinweis darauf sein. Daneben finden sich bevorzugt in unmittelbarer Umgebung der Ti-Karbonitride Versetzungsdickichte, die allem Anschein nach während des Rekristallisationsvorganges an diesen Partikeln verankert worden sind.

4. 1.1.3. Stapelfehlerenergie

Einige Versetzungen weisen Anzeichen von Aufspaltung in Form von Dreiecks-knoten auf, wie sie in Werkstoffen geringer Stapelfehlerenergie oft beobachtet werden /41/. Für eine Vermessung dieser Knoten zur Bestimmung der Stapelfehlerenergie in IN 617 (Kap. 3) sind aber die beobachteten Versetzungsaufspaltungen im Ausgangsmaterial nicht hinreichend scharf abbild-

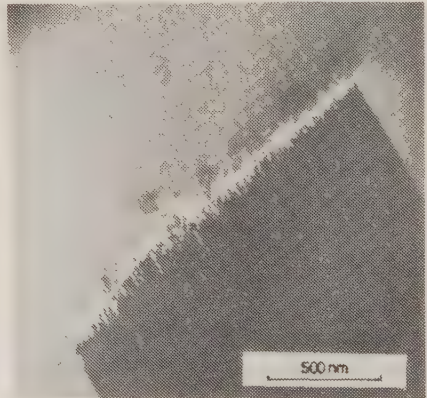


Abb. 4.5/4.6: Cr_{23}C_6 -Karbide auf Korngrenzen bzw. Zwillingsgrenzen von Neumaterial (TEM-Aufnahme; EDAX-Spektrum und Beugung vgl. Abb. 4.16)

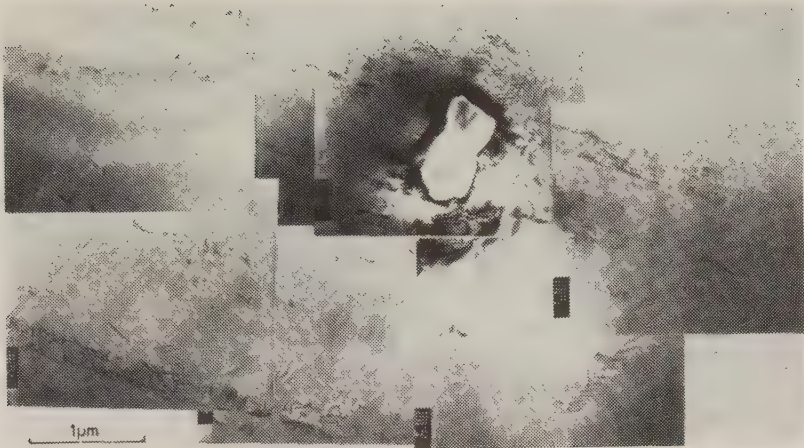


Abb. 4.7: Versetzungsstruktur in Neumaterial

bar. Sehr viel klarer, insbesondere auch mit besserer statistischer Relevanz, stellen sich die Aufspaltungsknoten in Versetzungsnetzwerken nach Verformung bei höherer Temperatur dar. Abb. 4.8 zeigt die Knoten eines solchen Netzwerks in starker Vergrößerung. Der Mittelwert aller Krümmungsradien beträgt $R = 2.8 \pm 0.5 \text{ nm}$. Daraus errechnet sich nach der Beziehung von Brown /40/ ⁺⁾

$$\gamma_{st} = G b_p^2 / R$$

⁺⁾ G (Schubmodul) = 82 GN/m^2 (Kap. 4.1.1.4)

b_p (Burgersvektor der Partialversetzung) = $\frac{0.356}{2} \cdot \sqrt{6} = 0.145 \text{ nm}$ (Kap. 4.1.1.2)

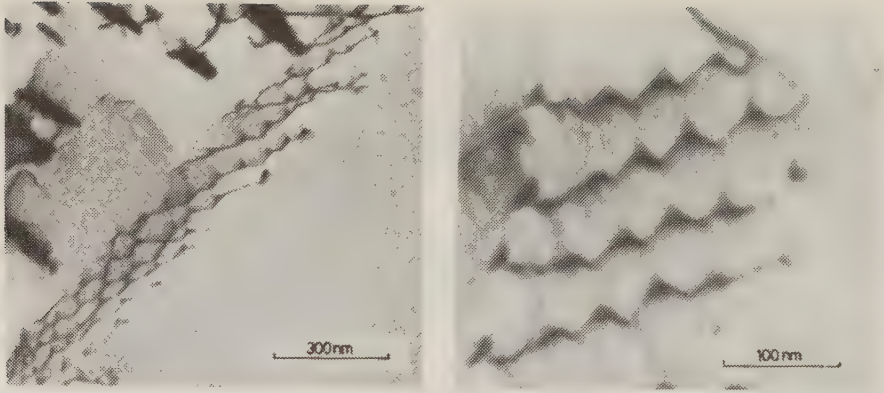


Abb. 4.8: Versetzungsaufspaltung in Form von Dreiecks-knoten im Versetzungsnetzwerk (TEM-Aufnahme)

Legierung bzw. Matrix	γ_{st} $J/m^2 \cdot 10^3$	Referenz
Co40Ni	28	Drapier /44/
Ni38Co12Cr	39	Drapier /44/
IN 617 Ni22Cr12Co	62	(diese Arbeit)
Ni20Cr10Co	71	Köster /41/
Ni30Cr	71	Köster /41/
NIMONIC 90 Ni20Cr17Co	86	Evans /43/
NIMONIC 75 Ni20Cr	150	Evans /43/
Ni22Cr	160	Beeston /42/
Ni12Co	210	Beeston /45/
Ni	240	Beeston /42/

Tab. 4.2: Stapelfehlerenergien von Ni und Ni-Basislegierungen bei RT

eine Stapelfehlerenergie für IN 617 bei RT von $62 \pm 11 \cdot 10^{-3} \text{ J/m}^2$.

Tab. 4.2 zeigt diesen Wert im Vergleich zu Stapelfehlerenergien von Rein-Ni und einiger Ni-Basislegierungen, die von verschiedenen Autoren in fast allen Fällen ebenfalls mit der Knotenmethode bestimmt worden sind. Die Aufstellung macht deutlich, dass neben dem erwarteten Einfluss von Co auch Cr als Legierungselement die Stapelfehlerenergie stark herabsetzt; besonders wirksam scheint das gemeinsame Vorkommen von Co und Cr zu sein. Der hier ermittelte Wert für IN 617 reiht sich gut in die Aufstellung ein.

Mit zunehmender Temperatur nimmt γ_{st} jedoch stark zu, wie einige Autoren mittels Heiztisch-TEM zeigen können /46/ und /47/. Da aber der Temperatureinfluss bei verschiedenen Legierungszusätzen unterschiedlich ausfällt, ist selbst eine Relativaussage zwischen den einzelnen Legierungen für höhere Temperaturen auf der Basis eines Vergleichs der RT-Werte von γ_{st} nur bedingt zulässig. So weist Beeston /45/ darauf hin, dass der Anstieg von γ_{st} mit der Temperatur bei Ni-Cr-Legierungen deutlich niedriger ist als für Ni-Co-Legierungen oberhalb der hdp-kfz-Umwandlungstemperatur. Die Umwandlungstemperatur wird aber schon durch geringen Legierungszusatz (z.B. Ni) zum reinen Co beträchtlich von 420°C auf Werte um RT abgesenkt /45/. Insgesamt darf man deshalb davon ausgehen, dass der Unterschied der Stapelfehlerenergien zwischen IN 617 und etwa der Legierung Ni20Cr bei Temperaturen oberhalb 800°C geringer sein dürfte als bei RT.

Die Bestimmung der Temperaturabhängigkeit von γ_{st} mit dem TEM-Heiztisch war nicht erfolgreich. Schon im mittleren Temperaturbereich vermindert sich die Abbildungsqualität infolge Bilddrift so sehr (bei Vergrößerung $220'000$), dass eine zuverlässige Vermessung der Knoten nicht mehr gegeben ist. Oberhalb 700°C verdecken zudem Kontaminationsprodukte (oder Oxide?) die eingestellte Versetzungsconfiguration schon nach kurzer Zeit bis zur Unkenntlichkeit.

4. 1.1.4 Elastische Konstanten

Abb. 4.9 zeigt den Verlauf von Elastizitäts- bzw. Schubmodul von rekristallisiertem IN 617 mit der Temperatur /48/, wie er aus der Auswertung von Resonanzschwingungsspektren hervorgeht. Beide fallen bis etwa 800°C fast linear, dann steiler ab. Bei 850°C beträgt der Abfall gegenüber RT

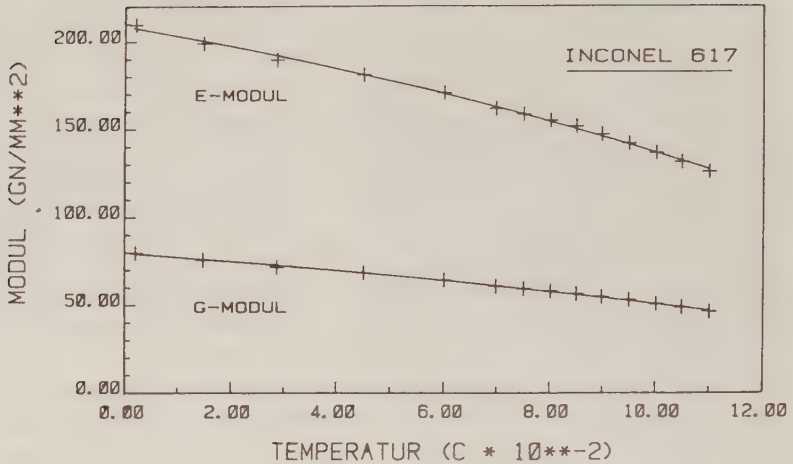


Abb. 4.9: E-,G-Modul in Abhängigkeit von der Temperatur (nach /48/)

ca. 25 %, bei 950 °C ca. 33 %. Mit diesen Werten und dem Temperaturgang unterscheidet sich IN 617 in den elastischen Konstanten nur unwesentlich von anderen Legierungen auf Ni-Basis, selbst wenn diese bei abweichender chemischer Zusammensetzung hohe Volumenanteile an anderen Phasen aufweisen /49/.

4. 1.2. Material nach Wärmebehandlung an Luft

4. 1.2.1. Karbide

Nach Wärmebehandlung bei 850 °C und 950 °C scheiden sich schon innerhalb weniger Stunden fein verteilt im Korn weitere Karbide aus. Die Partikel sind sehr inhomogen verteilt (Abb. 4.10); ihre Anordnung ist meist zeilig, auf sich schneidenden Zeilen mit einem Abstand, der ein mehrfaches ihrer Grösse beträgt. Abb. 4.11 zeigt, dass die Karbidzeilen parallel zu Versetzungsgleitstufen liegen, die in der Nähe eines Härteeindrucks in der

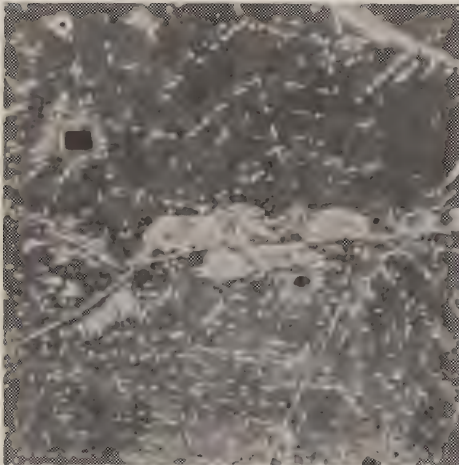
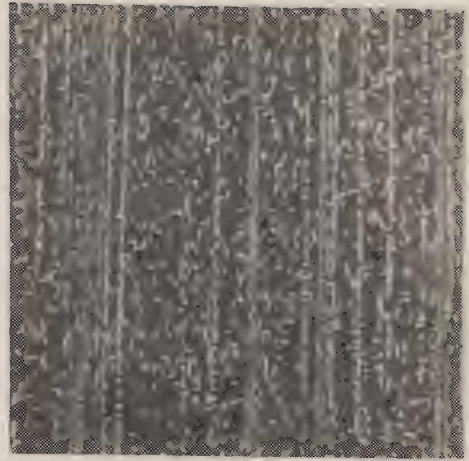
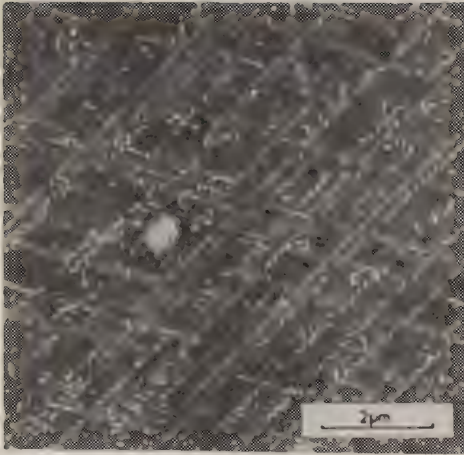


Abb. 4.10: Karbidverteilung nach 42 h bei 850 °C (REM-Aufnahmen derselben Probe)

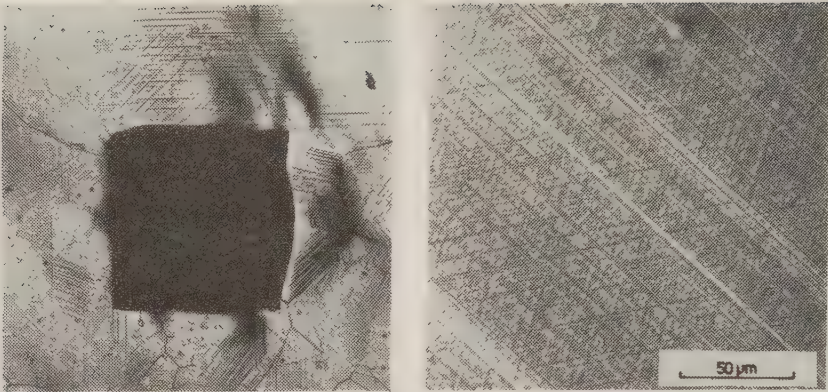


Abb. 4.11: Gleitstufen in der Umgebung eines Härteindrucks (Li.Mi., Schrägbeleuchtung)

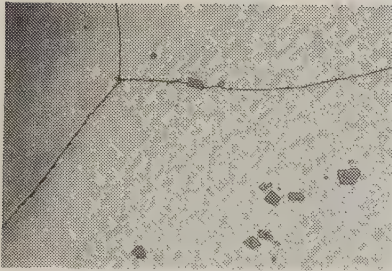
Schrägbeleuchtung als helle Linien zu erkennen sind. In der Umgebung von Ti-Karbonitriden und an den Korngrenzen ist die Teilchendichte besonders hoch. Einige Korngrenzen weisen stengelförmige Ausscheidungen auf, die senkrecht zur Korngrenze diskontinuierlich ins Korn hineinwachsen (Abb. 4.10).

Mit zunehmender Anlasszeit (Abb. 4.12) lösen sich die diskontinuierlichen Ausscheidungen an den Korngrenzen auf. An ihrer Stelle belegen sich die Korngrenzen zunehmend mit globularen Ausscheidungen, die ab ca. 1000 h deutlich im Lichtmikroskop auszumachen sind. Mit dem Wachstum dieser Korngrenzenausscheidungen entsteht im Korn der Eindruck einer Auflockerung der Teilchenstruktur. Dabei handelt es sich aber nur in geringem Ausmass um eine Vergrößerung der intragranularen Teilchen etwa im Sinne der Ostwald-Reifung. Vielmehr scheinen sich - ausgehend von den Korngrenzen - die kleineren Teilchen aufzulösen, um die sie aufbauenden Elemente an die Korngrenzenausscheidungen abzugeben. Es bilden sich ausscheidungsfreie Korngrenzensäume, und schliesslich kommt es auch zu einer Verringerung der Teilchenzahl im Korninnern (vgl. /10/, /2/, /9/). Kleinere Körner sind nach sehr langen Glühzeiten praktisch vollkommen ausscheidungsfrei.

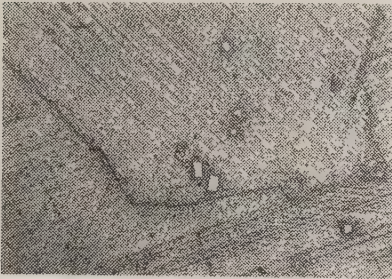
Abb. 4.12:

Karbidgefüge nach Wärmebehandlung

- a) Neumaterial]
- b) 4 h / 950 °C
- c) 100 h / 950 °C
- d) 600 h / 950 °C
- e) 10'000 h / 850 °C



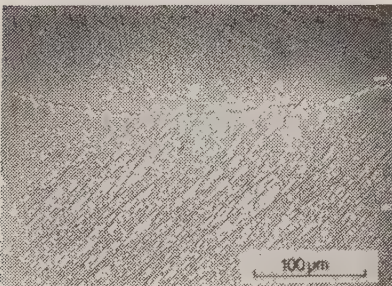
a)



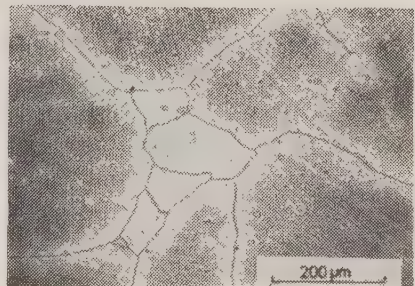
b)



c)



d)



e)

Bei 950 °C läuft der Ausscheidungsprozess etwa um den Zeitfaktor 10 schneller ab als bei 850 °C. Die Form der Ausscheidungen ist, wie aus der TEM-Beobachtung hervorgeht (Abb. 4.13, 4.14), geometrisch sehr uneinheitlich. Es finden sich für den gleichen Materialzustand sowohl nadelförmige und sternförmige als auch eher globuläre Ausscheidungen mit unregelmässigen Kanten. Bei der niedrigeren Temperatur scheinen Ausscheidungsformen mit nadelförmigem Auslauf aber bevorzugt aufzutreten. Nach längeren Zeiten bilden sie sich mehr und mehr in kleinere globuläre Teilchen zurück. Bei 800 °C sind die Ausscheidungen selbst noch nach 260 h ausgeprägt nadelförmig. Angesichts der bei tieferer Temperatur geringeren Nachgiebigkeit des Gitters ist diese Begünstigung der Nadelform beim Ausscheidungsprozess verständlich, mit der in hohem Masse elastische Verzerrungsenergie eingespart werden kann.

Wie oben erwähnt, findet eine nennenswerte Teilchenvergrößerung im Korn nicht statt, zumindest lässt sich bei der extrem inhomogenen Teilchenverteilung ein Wachstum nicht feststellen. Grob abgeschätzt liegen die Teilchengrößen in einem sehr breiten Bereich von 10 - 300 nm, sofern man die Längsausdehnung der Nadeln als Größenparameter mitberücksichtigt.

Auch die Form der Korngrenzenkarbide ist nach einigen hundert Stunden Wachstum nicht mehr einheitlich. Während sich an vielen Korngrenzen die kontinuierliche Belegung durch nunmehr stark vergrösserte Karbide fortsetzt, treten längs einiger Korngrenzen in einem Bereich von ca. $\pm 5 \mu\text{m}$ Ansammlungen grösserer globulärer Karbide auf, die aber nicht miteinander in Berührung stehen (Abb. 4.15). Es ist vorstellbar, dass diese unterschiedlichen Anordnungsformen stark geprägt sind von der gegenseitigen Orientierung der Nachbarkörner und der Lage der Korngrenzen zwischen ihnen. Die Grösse der Korngrenzenkarbide nimmt von ursprünglich 100 - 200 nm in Ausgangsmaterial nach z.B. 3000 h bei 850 °C auf 1 - 1.5 μm und nach 3000 h bei 950 °C auf Werte von mehreren μm zu.

Nach Zusammensetzung und Struktur gehören die intragranularen Ausscheidungen für alle untersuchten Auslagerungszeiten und -temperaturen wie schon die Korngrenzenausscheidungen im Neumaterial dem Karbidtyp M_{23}C_6 aus 87 % Cr und 7 % Mo an (vgl. Abb. 4.5). Sie sind kohärent mit der Matrix mit einer Gitterkonstanten von 1.068 nm (Abb. 4.16). Auch die Korngrenzenkar-

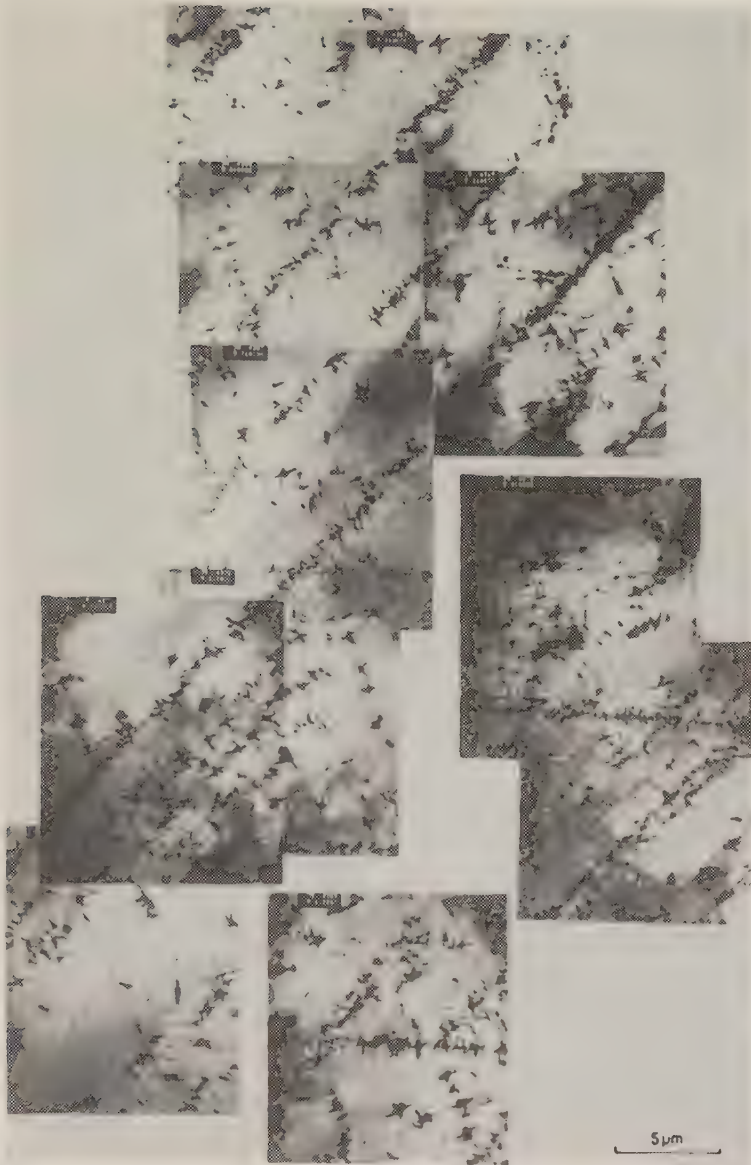


Abb. 4.13: Karbidstruktur nach 42 h bei 850 °C (TEM-Aufnahme)



Abb. 4.14: Karbidstruktur nach 4 h bei 950 °C (TEM-Aufnahme)



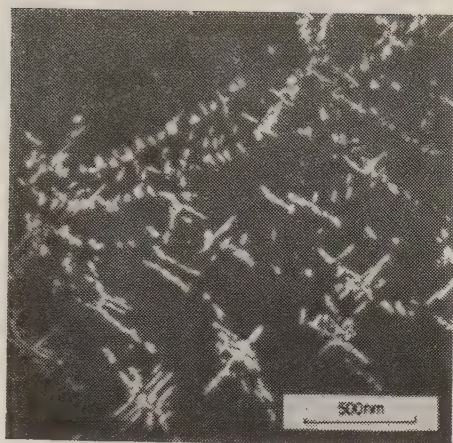
Abb. 4.15: Korngrenzenkarbide nach 600 h bei 950 °C (TEM-Aufnahme)

bide behalten in der ersten Zeit des Wachstums diese Struktur und Zusammensetzung bei.

Genau besehen sind jedoch $M_{23}C_6$ -Karbide mit der austenitischen Matrix nicht vollkommen kohärent (/50/,/51/). Beckitt u.a. (/51/) geben an, dass das Metallatomvolumen von $M_{23}C_6$ mit 0.01283 nm^3 etwa 10 % grösser ist als das der Austenitphase mit 0.01153 nm^3 . Die Keimbildung von $M_{23}C_6$ erfolgt daher bevorzugt an örtlichen Gitterverzerrungen wie Korngrenzen und vor allem auf Versetzungen in dem Sinn, dass Versetzungen zum Abbau der Fehlpassung in die Grenzfläche $M_{23}C_6$ -Matrix eingebaut werden. Tatsächlich lassen sich diese Versetzungs-Karbid-Konfigurationen bei einer Vielzahl von $M_{23}C_6$ -Karbiden im TEM beobachten (Abb. 4.13). Auch passt die zeilige Karbidanordnung entlang Versetzungsgleitspuren (Abb. 4.11) und die erhöhte Karbidichte in der versetzungsreichen Umgebung von Ti-Karbonitriden (vgl. Kapitel 4.1.1.2) überzeugend in dieses Bild.

Allerdings ist die Karbidverteilung nach Ablauf des Ausscheidungs Vorganges, also z.B. etwa nach 10 h bei 950°C , erheblich dichter als man sie von der Versetzungsstruktur des rekristallisierten Materials her (Kapitel 4.1.1.2) erwarten würde. Der Ursprung dieser vergleichsweise hohen Karbidichte sind vermutlich Versetzungen, die während des Wachstums von Karbidecken infolge der o.a. unterschiedlichen Atomvolumen von Matrix und Karbid erzeugt werden und damit neue Orte für Keimbildung darstellen. Dieser Vorgang des "prismatic punching" /50/ wird auch für andere Kristallsysteme (krz, hdp) berichtet.

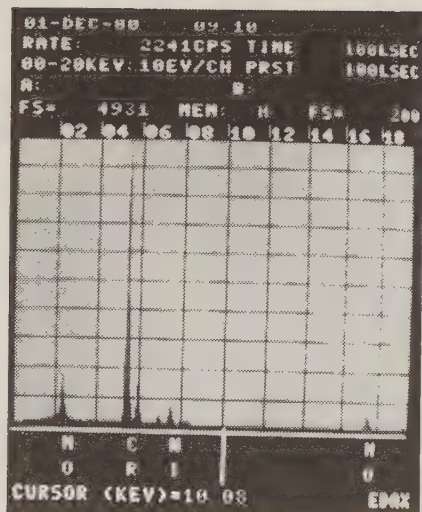
Nach 200 - 300 h bei 950°C bzw. nach mehreren tausend Stunden bei 850°C verändert sich die Zusammensetzung einiger Korngrenzenkarbide zu einer Mischform aus ca. 40 % Mo, 30 % Ni, 22 % Cr, 8 % Co (Abb. 4.17). Die neue Phase keimt zunächst an mehreren Stellen eines $M_{23}C_6$ -Karbids an der Grenzfläche zur Austenit-Matrix an und wandelt das Karbid nach und nach vollkommen um (vgl. /53/). Eine charakteristische Karbidform oder -lage, bei der die Keimbildung bevorzugt beginnt, ist dabei nicht zu erkennen. In einigen Körnern läuft der Umwandlungsvorgang auch an der Grenzfläche von $Ti(C,N)$ und Matrix ab und erfasst nach sehr langen Glühzeiten das gesamte $Ti(C,N)$ (Abb. 4.17). Die Umwandlungsphase hebt sich infolge unterschiedli-



a)



b)



c)

Abb. 4.16:

$M_{23}C_6$ -Karbide

- a) TEM-Dunkelfeld
- b) Beugung
- c) EDAX (TEM)

chen Ätzverhaltens im Lichtmikroskop deutlich von der orange-gelben Farbe der Ti(C,N) ab. Darüberhinaus belegen Elementverteilungsaufnahmen mit der Ti- bzw. Mo- bzw. Cr-Linie des ED-Spektrums die veränderte Phasenzusammensetzung recht anschaulich (Abb. 4.18).

Die Phase ist nicht matrixkohärent; ihre Gitterkonstante beträgt 1.10 ± 0.005 nm. Der Unterschied der Gitterkonstanten von $M_{23}C_6$ und der Umwandlungsphase ist damit angesichts der Genauigkeit der Bestimmungsmethode (vgl. Kap. 4.1.1.2) nicht sehr gross. Zusammen mit den Angaben über die Zusammensetzung lässt sich aber nach Erdös /38/ mit hoher Wahrscheinlichkeit vermuten, dass es sich bei der Umwandlungsphase um M_6C handelt. Erdös gibt einige stöchiometrische Varianten des Mischkarbids an, von denen der Typ A_2B_4C mit $A = Mo, W, Nb$ und $B = Ni, Co, Cr, Fe$ der hier gefundenen Zusammensetzung am nächsten kommt. Die Gitterkonstante dieses Strukturtyps variiert von 1.09 bis 1.21 nm.

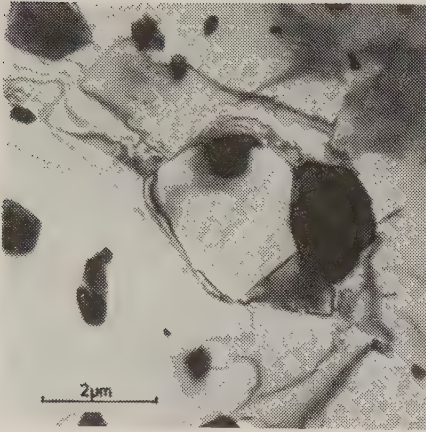
Nach Pigrova und Levin /54/ ist für Glühbehandlungen von Ni-Basis-Legierungen im Temperaturbereich von $700^\circ - 1000^\circ C$ das Verhältnis

$$\frac{\text{at\%Cr}}{\text{at\%Cr} + \text{at\%Mo} + 0.7\text{at\%W}}$$

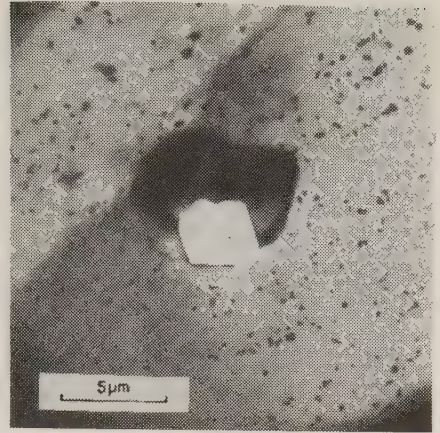
Existenzkriterium für $M_{23}C_6$ bzw. M_6C . Ist der Quotient kleiner als 0.72, so tritt bevorzugt M_6C auf, ist er grösser als 0.82, so entstehen eher $M_{23}C_6$. Dazwischen ist der vorwiegende Karbidtyp von Temperatur und Alterungsdauer abhängig. Generell besteht mit steigender Temperatur und Zeit die Tendenz für die Bildung von M_6C . Im vorliegenden Fall ist der Quotient mit $24.5/24.5+5.0 = 0.83$ näher auf der $M_{23}C_6$ -Seite. $M_{23}C_6$ -Karbide scheiden sich ja auch bevorzugt aus. Nach langen Zeiten insbesondere bei $950^\circ C$, dürfte demnach das Auftreten der M_6C -Phase auf eine lokale Cr-Verarmung der Matrix hindeuten.

4. 1.2.2. γ' -Phase

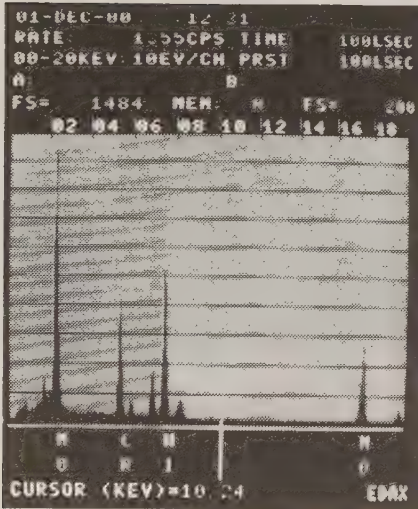
Neben den Karbidphasen scheidet sich nach einer Wärmebehandlung bei $800^\circ C$ ein geringer Volumenanteil von γ' -Phase (Ni_3Al) aus. Die kugeligen γ' -



a)



b)



c)

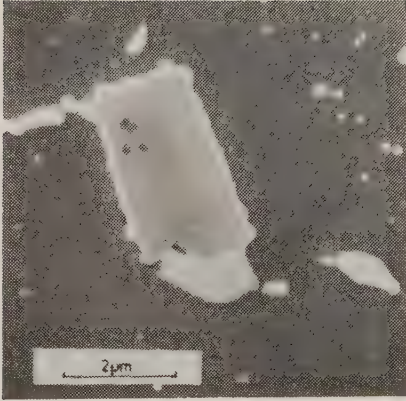
Abb. 4.17:

M₆C-Karbidphase nach 600 h bei
950 °C (TEM-Aufnahmen),

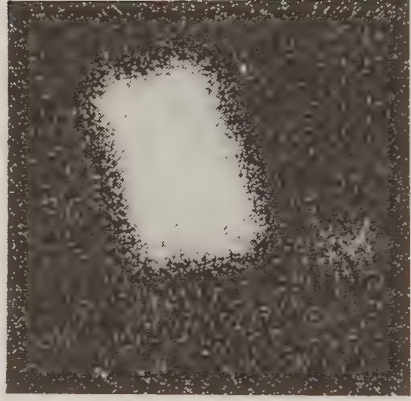
a) angrenzend an $M_{23}C_6$ = dunkel (Korngrenze)

b) angrenzend an $Ti(C,N)$ = hell
(im Korn)

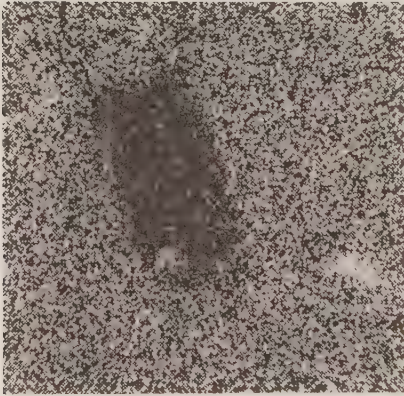
c) EDAX (TEM)



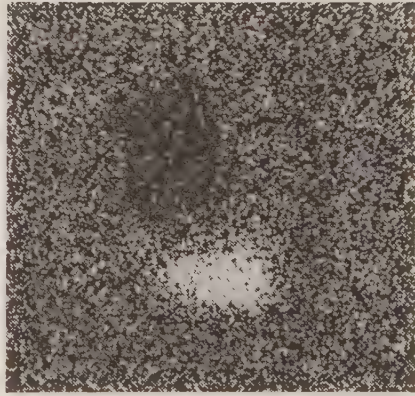
a)



b)



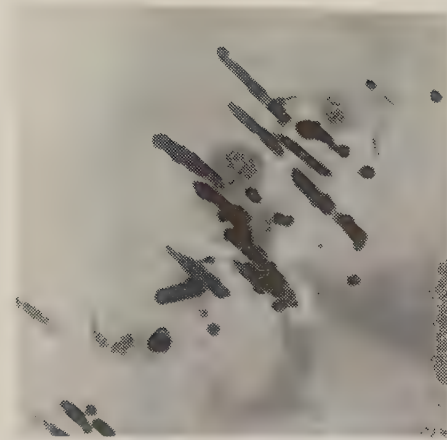
c)



d)

Abb. 4.18: Elementverteilung (EDAX-REM) in Umgebung eines Ti(C,N) -Partikels

a) Gesamtspektrum, b) Ti-Linie, c) Cr-Linie, d) Mo-Linie



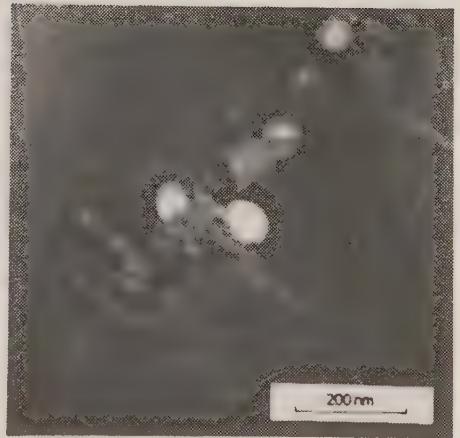
a)



b)



c)



d)

Abb. 4.19: Ausscheidungen nach 260 h bei 800 °C

a) TEM-Aufnahme, b) Beugung, c) TEM-Dunkelfeld: $M_{23}C_6$ -Reflex,
d) TEM-Dunkelfeld: γ' -(Überstruktur-)Reflex

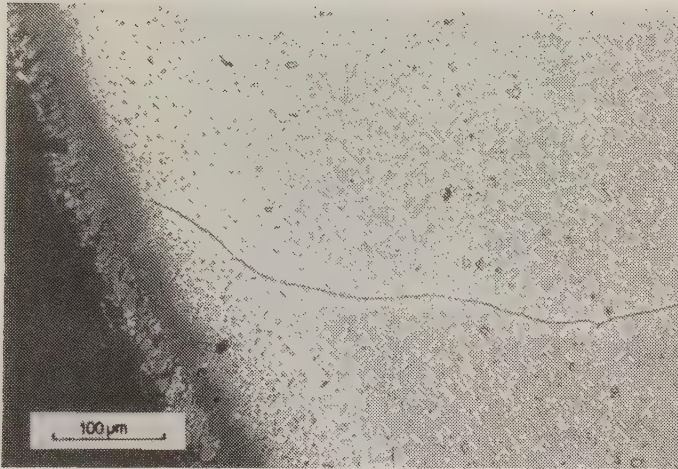
Teilchen sind auch nach einigen hundert Stunden nur etwa 50 nm gross und entsprechend erst bei hoher Vergrösserung in der Dunkelfeldabbildung im Lichte des Überstrukturreflexes zu erkennen (Abb. 4.19). Die beiden benachbarten Beugungspunkte, die den reziproken Netzebenenabstand der Austenit-Matrix in drei Teile teilen, gehören zu nadelförmigen $M_{23}C_6$ -Karbiden (vgl. oben), an denen sich die γ' -Kugeln bevorzugt ausscheiden. Bei 850 °C und 950 °C ist die γ' -Phase nicht nachweisbar.

4. 1.2.3. Oxidationseinflüsse

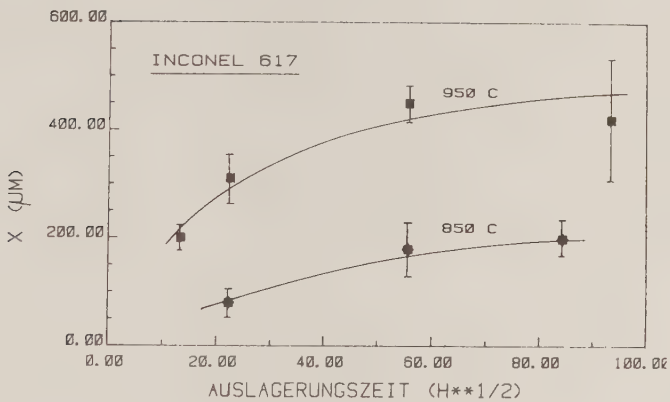
Wärmebehandlung an Luft bei 850 °C und 950 °C bewirkt auf der Oberfläche der zylindrischen Probenabschnitte sehr rasch die Ausbildung einer dichten, sehr gut haftenden Oxidschicht, die von Christ /32/ als reines Cr_2O_3 charakterisiert wird. Mit zunehmender Glühzeit wächst das Oxid fein verästelt nach innen (Abb. 4.20a). Das innere Oxid besteht vorwiegend aus Al_2O_3 /32/. Die Verästelungen können nach 8700 h bei 950 °C eine Tiefe von 50 μm erreichen. In dieser Zone verlieren die Korngrenzen ihre Karbidbelegung fast vollkommen. Auf der Oberfläche sind die Durchstosslinien der Korngrenzen besonders stark mit Oxidphase dekoriert (vgl. /32/).

Wesentlich über diese Oxidationsrandzone hinaus übt die Oxidation offenbar einen massiven Einfluss auf die Feinkarbidstruktur in den oberflächennahen Bereichen aus, indem sie die Auflösung von $(Cr,Mo)_{23}C_6$ -Karbiden bewirkt. An ihrer Stelle sind im Querschliff sehr grobe (nicht näher untersuchte) Partikel in geringer Dichte zu erkennen. Es ist anzunehmen, dass es sich bei diesen Partikeln um innere Oxide handelt, die nach Christ /32/ als Al_2O_3 -Oxide anzusprechen sind. Die Belegung der Korngrenzen bleibt in ihrem Verbreitungsbereich quantitativ unbeeinflusst (Abb. 4.20a).

In Abbildung 4.20b ist die Tiefe der Zone, in der sich die Feinkarbidstruktur auflöst, in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die beiden Temperaturen 850 °C und 950 °C dargestellt. Dabei ist zur Prüfung eines etwa parabolischen Zusammenhangs auf der Abszisse die Wurzel der Zeit aufgetragen. Eine entsprechende Abhängigkeit lässt sich aber allenfalls bei 850 °C vermuten. Bei 950 °C nimmt die Steigung der Messkurve bis zu langen Zeiten kontinuierlich ab. Es ist anzunehmen, dass parallel zu der Oberfläche liegende Korngrenzen die jenseitigen intragranularen $M_{23}C_6$ -Karbid ge-



a)



b)

Abb. 4.20: Oxidationszone nach Auslagerung

a) nach 7'100 h bei 850 °C (Li-Mi-Aufnahme)

b) Tiefe X der Zone als Funktion von $\sqrt{t}$ für eine zylindrische Probe ($\varnothing$ 6 mm)

genüber dem Oxidationsangriff wirksam abschirmen, so dass der Auflösungsprozess in einer Tiefe, die etwa der mittleren Korngrösse (Kap. 4.1.1.1) entspricht, einer Sättigung zustrebt.

4. 1.3. Material nach Aufkohlung in CH₄-H₂-Atmosphäre

Bei einer Kohlenstoffaktivität von $\gg 1$ in reduzierender CH₄-H₂-Atmosphäre bei 950 °C nehmen die zylindrischen Proben durch die 50 µm dicke Oberflächenschicht aus Ni hindurch diffusionskontrolliert reichlich Kohlenstoff auf /60/. Abbildung 4.21 zeigt lichtmikroskopisch, wie sich das Gefüge bei Ausgangsmaterial nach einer Glühzeit von 500 h in CH₄-H₂ von der Oberfläche her verändert.

Im Übergangsbereich zum unbeeinflussten Probenkern überlagern wenige sehr grosse kantige Partikel (Durchmesser 2-4 µm) die durch reinen Temperatureinfluss entstandene (vgl. Kp. 4.1.2.1) Feinkarbidstruktur. Die Korngrenzen sind vergleichsweise dick mit kontinuierlicher Karbidphase belegt.

Auch in der angrenzenden Aufkohlungszone sind die grossen Partikel im Lichtmikroskop deutlich auszumachen, wobei eine Zunahme ihrer Dichte unverkennbar ist. Aus der TEM-Beobachtung (Abb. 4.22) geht ferner hervor, dass sich die ursprüngliche Feinkarbidstruktur verändert. Bis zu kleinsten Partikeldurchmessern (50 nm) nehmen die nunmehr eher homogen verteilten Teilchen den würfel- oder rhomboederförmigen Habitus der grossen Partikel an. In vielen Fällen wird augenfällig, dass die Kanten der Teilchen bzw. der grossen Partikel innerhalb eines Kornes alle parallel zueinander angeordnet sind (vgl. auch Abb. 4.51). Nach Ausweis der ED-Elementanalyse sind die Metallkomponenten der kantigen Ausscheidungen durchweg Cr und Mo mit überwiegendem Cr-Anteil. Aus Elektronenbeugungsaufnahmen lassen sie sich als M₂₃C₆-Karbid identifizieren (vgl. Kap. 4.1.2.1). Insbesondere bei den grösseren Karbiden sind deutlich Grenzflächenversetzungen zur austenitischen Matrix hin zu erkennen die, wie schon in Kapitel 4.1.2.1 ausgeführt, zum Ausgleich der Fehlpassung zwischen Matrix und diesem Karbidtyp benötigt werden /50/. Lewis u.a. /50/ sprechen die parallelen Karbidflächen als (111)-Ebenen an.

Weiter zum Rand hin verlieren die Karbide bei etwa gleichbleibender Grösse ihre kantige Form (Abb. 4.22). Ihre Verteilung, soweit es sich nicht um

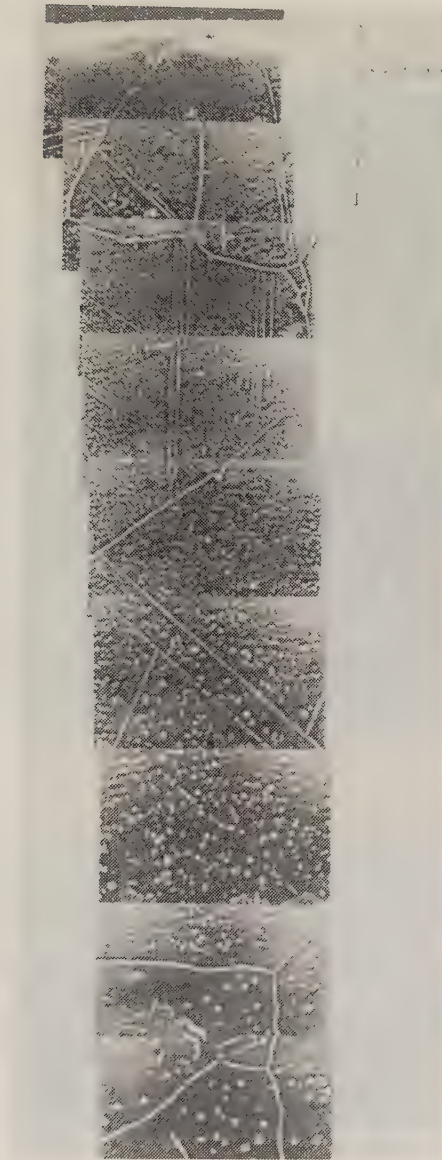
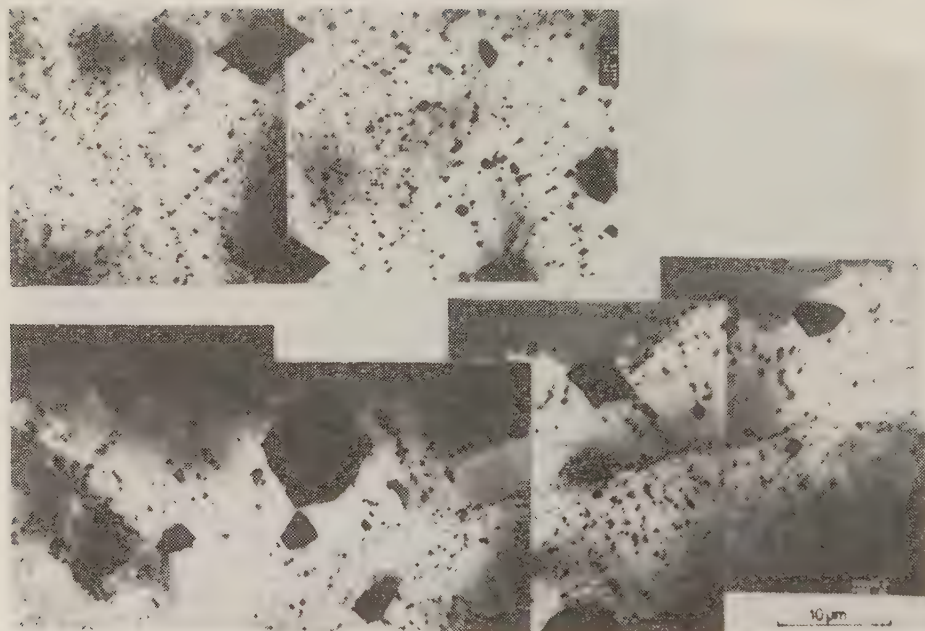
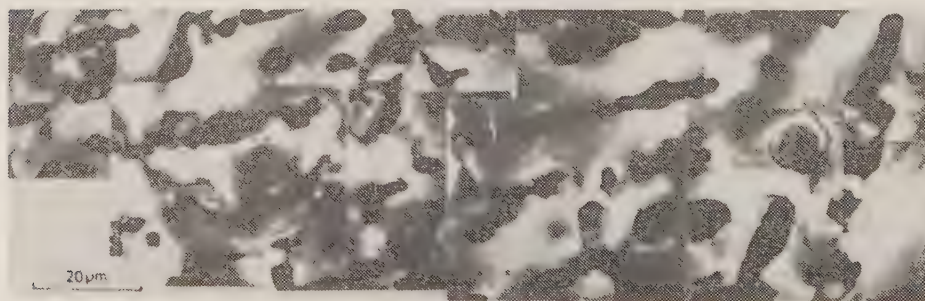


Abb. 4.21: Aufkohlungskarbidstruktur nach 500 h bei 950 °C in CH₄-H₂
(Li.Mi.-Phasenkontrast)



a)



b)

Abb. 4.22: Aufkohlungskarbide (TEM-Aufnahmen)

a) Reaktionsfront, b) Randbereich

ihre Anordnung an Korngrenzen oder an den zahlreichen Zwillingsgrenzen handelt, wird weitgehend regellos. Zwischen den grossen Partikeln löst sich die Population feiner würfelförmiger Teilchen vollkommen auf. Die Korngrenzenbelegung kann bis zu 5 μm Breite aufweisen. Die ausscheidungs-freien Säume dehnen sich bis zu 10 μm tief in den angrenzenden Kornbereich aus und stellen damit einen nicht unerheblichen Anteil am Probenquer-schnitt dar. Qualitativ gehören die Karbide der Aufkohlungsrandzone zwei Strukturtypen an, die beide ohne erkennbare Systematik nebeneinander vor-liegen und nicht kohärent mit der Matrix sind. Während eine Phase vorwie-gend Cr-Metallanteil aufweist mit geringer Mo-Beteiligung, umfasst die an-dere Phase Mo, Cr, Co und Ni in fast gleichverteilter Mischform (vgl. Kap. 4.1.2.1). Die Bestimmung der Gitterkonstanten zur kristallographi-schen Charakterisierung ist jedoch infolge geringer Probenausbeute und vor allem aus Gründen ungenügender Durchstrahlbarkeit der dicken Partikel nur in seltenen Fällen erfolgreich.

Offensichtlich handelt es sich bei beiden Strukturen um Gittertypen gerin-gerer als kubischer Ordnung, da alle d-Werte im Beugungsgitter bei recht-winkliger (nichtquadratischer) Orientierung grundsätzlich sehr klein sind, was bei kubischen Gittern (kfz oder krz) auf Gitterkonstanten von über 2 nm führen würde. Solche Gitterkonstanten kommen jedoch bei den bekannten kubischen Karbidtypen nicht vor. Die Auswertung hochindizierter Beugungs-gitter von nichtkubischen Strukturen ist i.a. sehr aufwendig. Andererseits ist das Einstellen von niedrigindizierten Orientierungen aber abhängig von der Verfügbarkeit hinreichend vieler durchstrahlbarer Probenbereiche. Die Auswertung der Beugungsaufnahmen ergibt daher nur in wenigen Fällen eine zumal unsichere Zuordnung zu bestimmten Strukturtypen, und zwar für die Cr-reiche Karbidphase eine Zugehörigkeit zur orthorhombischen M_3C_2 -Struk-tur, während bzgl. der Mischphase Hinweise für das hexagonale System M_7C_3 vorliegen.

Die Kinetik der Aufkohlung kann auf der Basis der Vermessung lichtmikro-skopischer Gefügeabbildungen als parabolisch beschrieben werden (Abb. 4.23), wobei die Abgrenzung der Aufkohlungszone vom unbeeinflussten Pro-benkern nicht immer eindeutig ist. Wie Abb. 4.23 zeigt, ergibt sich aus der Auftragung der Aufkohlungstiefe gegen die Wurzel der Aufkohlungszeit ein linearer Zusammenhang. Der aus der Steigung ermittelte Diffusionskoef-

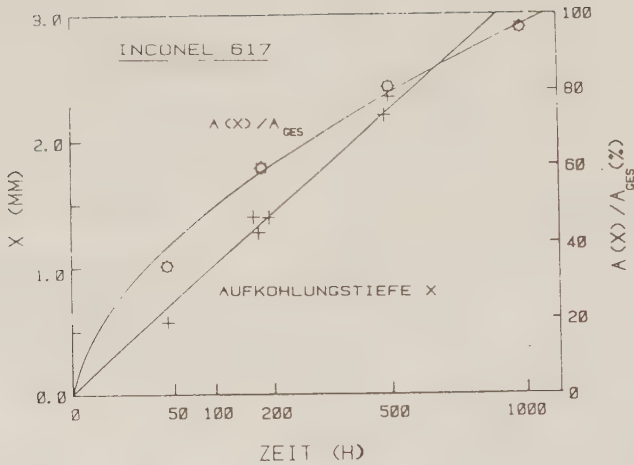


Abb. 4.23: Aufkohlungstiefe X und Flächenanteil der Aufkohlungsringzone $A(X)/A$ als Funktion von $\sqrt{t}$

fizient von Kohlenstoff in Ni bei dieser Temperatur /63/ stimmt damit zufriedenstellend überein. Der Vergleich macht deutlich, dass der Aufkohlungsprozess im wesentlichen diffusionskontrolliert abläuft, und zwar durch Diffusion des Kohlenstoffs von der Oberfläche her. Dabei ist allerdings der kreisförmige Probenquerschnitt nicht berücksichtigt. Miteingezeichnet in Abbildung 4.23 ist im Hinblick auf die spätere Beurteilung der Auswirkung des Aufkohlungsgefüges auf die Kriechfestigkeit der zylindrischen Kriechproben der Anteil an aufgekohlter Fläche am Gesamtprobenquerschnitt bei einem Probendurchmesser von 6 mm.

Der örtliche Verlauf des Kohlenstoffverbrauchs für die Karbidphasenbildung entlang des Probenquerschnitts ist in Abbildung 4.24 dargestellt für eine Aufkohlungszeit von 500 Stunden. Die Kohlenstoffkonzentration, die nicht unmittelbar messbar ist, lässt sich dabei über die gleichzeitige Verarmung der Matrix an Cr und Mo bestimmen, die massgeblich als Metallkomponenten

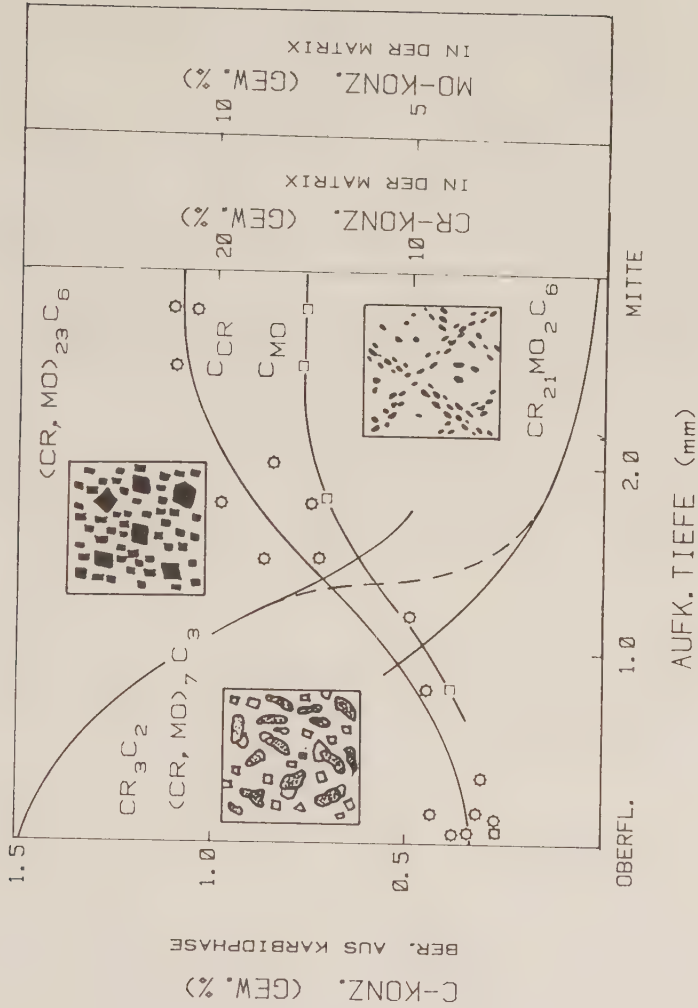


Abb. 4.24: Elementverteilung von C, Cr und Mo sowie Karbidmorphologie entlang des Aufkühlungsprofils nach 500 h bei 950 °C in CH₄-H₂

am Karbidaufbau beteiligt sind. Ihr Konzentrationsverlauf ergibt sich aus der ED-Analyse sowohl im TEM als auch im REM. Aus der Messung geht hervor, dass in IN 617 anders als z.B. in der eisenhaltigen Legierung INCOLOY 800 /33/ der Cr-Gehalt am äusseren Rand der Aufkohlungszone nicht auf Null zurückgeht, sondern mit 5-7 % immer noch etwa ein Drittel der Ausgangskonzentration ausmacht, obwohl die C-Diffusionsfront schon etwa 2 mm tief in die Probe vorgedrungen ist. Das Löslichkeitsprodukt für Cr in dieser Legierung wird also offensichtlich an der C-Diffusionsfront nicht abrupt überschritten, d.h. dass der Einfluss des Cr auf die C-Löslichkeit im Austenit mit abnehmendem Cr-Gehalt sehr schnell abnimmt. Demnach müsste die C-Konzentration im Aufkohlungsbereich auch bei nicht vollkommen durchgekohlten Proben in der Matrix ausgesprochen hoch sein. Ähnliches lässt sich über den Mo-Konzentrationsverlauf sagen, nur ist der Mo-Einfluss auf die C-Löslichkeit sicherlich von vorneherein geringer einzuschätzen /63/.

4. 2. Mechanisches Verhalten

4. 2.1. RT-Härte

4. 2.1.1. Material nach Wärmebehandlung an Luft

In Abbildung 4.25 ist der Verlauf der RT-Härte nach Vickers, H_{V20} , über dem Logarithmus der Auslagerungszeit für die beiden Temperaturen 850°C und 950°C dargestellt. Zusätzlich ist für 950°C die Mikrohärté $H_{V0.02}$ im Korninnern aufgenommen. Bei H_{V20} ist die mittlere Länge der Diagonale des Eindrucks mit etwa $450\text{ }\mu\text{m}$ in der Größenordnung der Körner (vgl. Kap. 4.1.1.1), bei $H_{V0.02}$ umfasst der Eindruck mit $15\text{ }\mu\text{m}$ Diagonallänge im Mittel den Bereich von ca. $100\text{ M}_{23}\text{C}_6$ -Karbiden. Der Verlauf der Makrohärte zeigt, dass bereits eine einstündige Anlassbehandlung bei 950°C gegenüber dem rekristallisierten Anlieferungszustand einen deutlichen Festigkeitszuwachs bewirkt. Danach steigt bis ca. 50 h die Härte nur noch unwesentlich weiter an, um zu sehr langen Zeiten hin wieder in die Nähe des Ausgangswertes für den Anlieferungszustand zurückzufallen. Bei 850°C liegen für Zeiten unter 40 h keine Härtewerte vor; nach 40 h resultiert aus der Glühbehandlung bei dieser Temperatur im Vergleich zu 950°C ein leicht erhöhter Härtewert, der zudem im Rahmen der Streuung bis zu 12500 h kaum merklich abfällt.

Mit Kenntnis der Ausscheidungsvorgänge aus dem übersättigten Mischkristallzustand des Ausgangsmaterials (Kap. 4.1.2.1) darf man sicherlich davon ausgehen, dass der hohe Härtegewinn zu Beginn der Anlassbehandlung auf die rasche Bildung der intragranularen M_{23}C_6 -Karbide zurückzuführen ist. Dabei ist offensichtlich die höhere Härte bei 850°C durch eine dichtere Verteilung der Karbide im Korn verursacht. Bei der niedrigeren Temperatur bleibt diese auch bis zu langen Zeiten hin relativ stabil. Bei 950°C ist der Grund für den Abfall der Makrohärte für Zeiten oberhalb 100 h ausser in der Gesamtauflockerung der Karbidstruktur insbesondere auch in der zunehmenden Verbreiterung von ausscheidungsfreien Korngrenzensäumen zu suchen, die in die flächenintegrierende Makrohärte ja miteingehen. Bei der Mikrohärté, die im Zentrum des Korns auch nach langen Glühzeiten eher unveränderte Strukturverhältnisse antrifft, ist der Abfall schwächer ausgeprägt. Der Mikrohärteverlauf bei stark gealtertem Material ($8700\text{ h}/950^{\circ}\text{C}$) über eine Korngrenze hinweg fällt dagegen, wie Abbildung 4.26 zeigt, im Bereich des ausscheidungsfreien Korngrenzensaums deutlich ab.

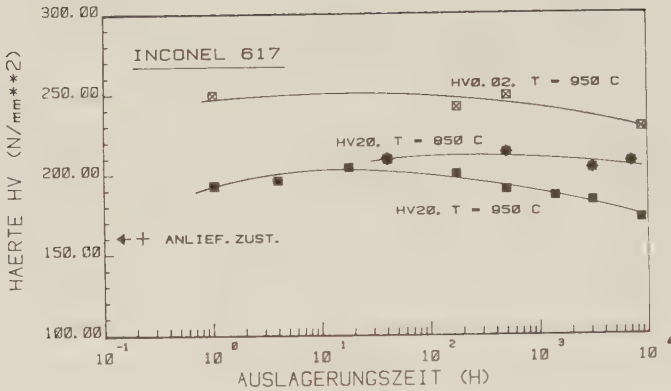


Abb. 4.25: RT-Härte (HV₂₀ bzw. HV_{0,02}) als Funktion der Auslagerungszeit für 850^o und 950^oC

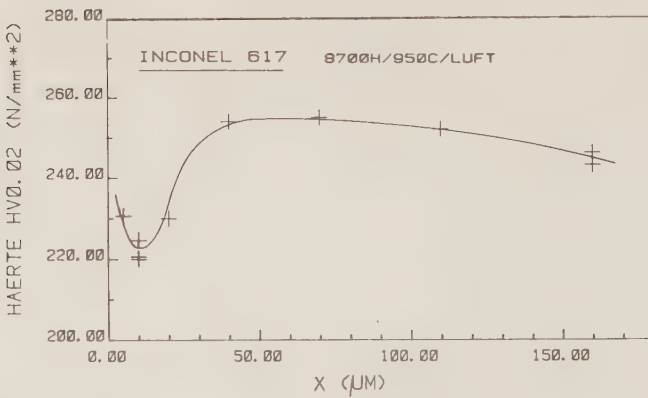


Abb. 4.26: Mikrohärteverlauf HV_{0,02} normal zur Korngrenze nach Auslagerung (Korngrenze : X = 0)

4. 2.1.2. Material nach Aufkohlung

Nach 500 h Aufkohlung bei 950 °C steigt die Mikrohärtigkeit $HV_{0.1}$ (Abb. 4.27) vom Wert der unbeeinflussten Kernzone der zylindrischen Probe zum Rand des Probenquerschnitts hin auf fast doppelte Höhe. Die Eindrücke, deren Diagonalen eine Länge von 12 - 18 μm haben, sind im Aufkohlungsbereich auch zu grossem Teil zwischen den grossen Karbiden angeordnet. Ausser in der Übergangszone zum unbeeinflussten Material, wo sich zwischen den grossen Karbiden elektronenmikroskopisch auch eine Population sehr kleiner Teilchen nachweisen lässt, wird demnach die Mikrohärtigkeit im Aufkohlungsbereich auch wesentlich durch den Formänderungswiderstand der Matrix bestimmt. Es ist anzunehmen, dass hier der erhöhte Kohlenstoff-Gehalt der Matrix eine massgebliche Rolle spielt. Für die Annahme einer stark erhöhten C-Löslichkeit in der Austenit-Matrix nach der Aufkohlung hatte ja bereits der Verlauf der Cr-Konzentration entlang des C-Diffusionsweges gesprochen (Kap. 4.1.3). Die Verarmung der Matrix an Cr und auch an Mo wiegt offensichtlich für die RT-Härte weniger als die gleichzeitige Zunahme des C-Gehaltes. Der andere wichtige Gesichtspunkt für die Erklärung des Härteanstieges im Aufkohlungsbereich ist sicherlich die verstärkte Versetzungserzeugung infolge Karbidwachstums (vgl. Kap. 4.1.2.1 und 4.1.3).

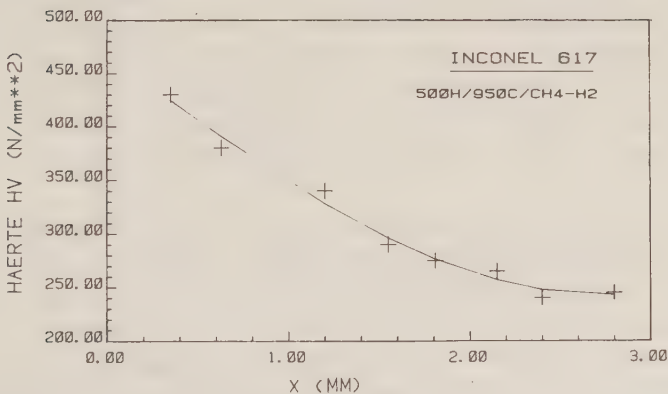


Abb. 4.27: Mikrohärtigkeit $HV_{0.1}$ entlang des Aufkohlungsprofils nach Aufkohlung (Probenrand : $X = 0$)

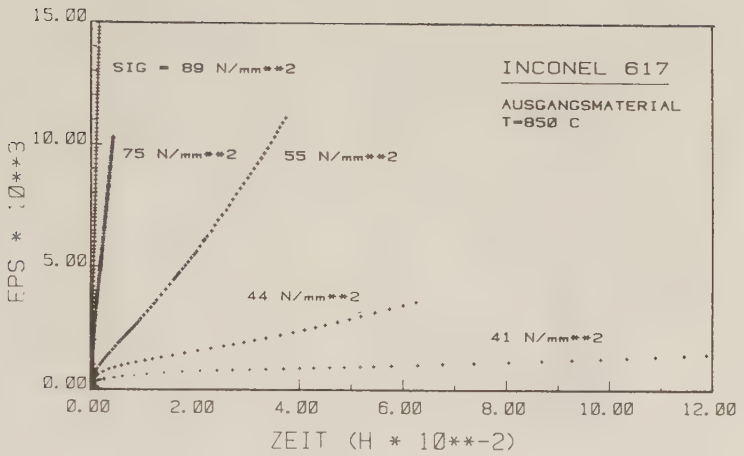
4. 2.2. Kriechkurvenverlauf im monotonen Kriechversuch

4. 2.2.1. Ausgangsmaterial

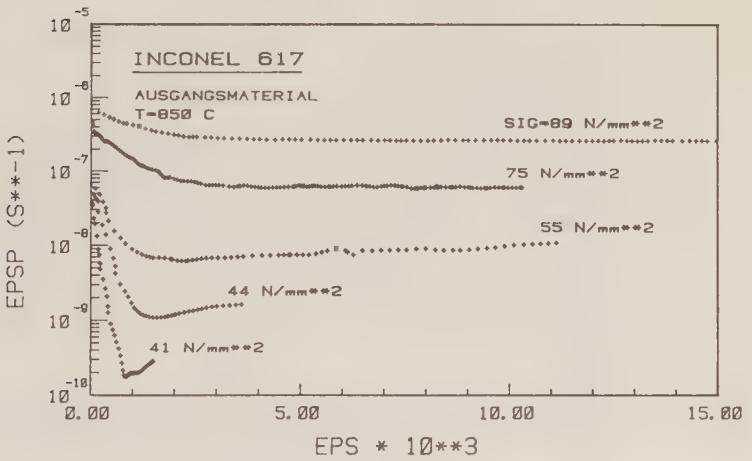
Ausgangsmaterial im Zusammenhang mit Kriechversuchen bedeutet Neumaterial, das während der Aufheizzeit und Temperaturstabilisierungsphase vor Beginn des Kriechversuchs eine etwa 4-stündige belastungsfreie Glühung bei Verformungstemperatur erfahren hat. Nach dieser Zeit ist der Ausscheidungs-vorgang für die $M_{23}C_6$ -Karbide bei $950^{\circ}C$ ganz bzw. bei $850^{\circ}C$ zum grossen Teil abgeschlossen (vgl. Kap. 4.1.2.1). Die Mikrostruktur dieses Materialzustandes, mit der die Kriechverformung beginnt, weist also in jedem Fall fein verteilte Karbide im Korninnern auf (Abb. 4.19).

Die Abbildungen 4.28a und b zeigen den Kriechkurvenverlauf bei $850^{\circ}C$ für Spannungen zwischen 41 und 89 N/mm^2 und zwar (a) in der aufgenommenen Form $\epsilon - t$ und (b) in der differenzierten Form $\log \dot{\epsilon} - \epsilon$ bis zu einer Gesamtdehnung von 1,5 %. Insbesondere aus der differenzierten Auftragung (Abb. 4.28b) geht hervor, dass sich für die beiden höchsten Spannungen nach einem kurzen Übergangsbereich zu Beginn der Verformung eine konstante Kriechrate einstellt, die sich bei 89 N/mm^2 noch bis zu 4 % Dehnung fortsetzt. Bei niedrigeren Spannungen nimmt dagegen $\dot{\epsilon}$ nach Durchlaufen eines Minimums vom Ende des Übergangsbereiches an wieder zu. Dieser Anstieg wird offensichtlich mit abnehmender Spannung steiler. Während die Verformungsgeschwindigkeit im Übergangsbereich bei kleinen Spannungen bis zu mehreren Grössenordnungen abnimmt, ist ihr Abfall z.B. im Falle von 89 N/mm^2 wesentlich geringer ausgeprägt. Hinsichtlich der Lage des Minimums, also der Dehnung $\Delta\epsilon_{\min}$, über die sich der Übergangsbereich erstreckt, verhält es sich genau umgekehrt: Je kleiner die Spannung, desto kleiner ist dieser Dehnungsbetrag. Bei 41 N/mm^2 ist $\Delta\epsilon_{\min}$ z.B. kleiner als 0.1 %.

Bei $950^{\circ}C$ und Spannungen zwischen 32 und 54 N/mm^2 ist der Verlauf von $\dot{\epsilon}$ in der differenzierten Auftragung $\log \dot{\epsilon} - \epsilon$ (Abb. 4.29b) qualitativ ähnlich demjenigen bei $850^{\circ}C$. Hier deutet sich allerdings schon bei der höchsten Spannung nach dem Übergangsbereich ein sehr schwaches Minimum an, bevor $\dot{\epsilon}$ schliesslich konstant wird. Mit abnehmender Spannung wird das Minimum stärker ausgeprägt. Bei den kleinsten Spannungen unterhalb 40 N/mm^2 , die bei $850^{\circ}C$ nicht mehr erfasst sind, ist der Wiederanstieg ausgesprochen steil.

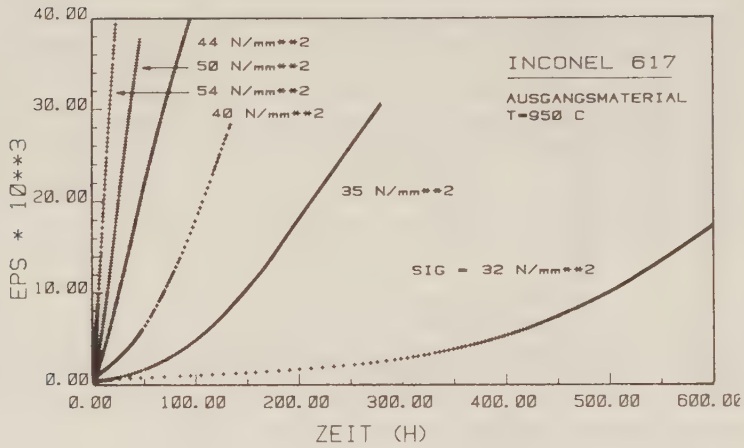


a)

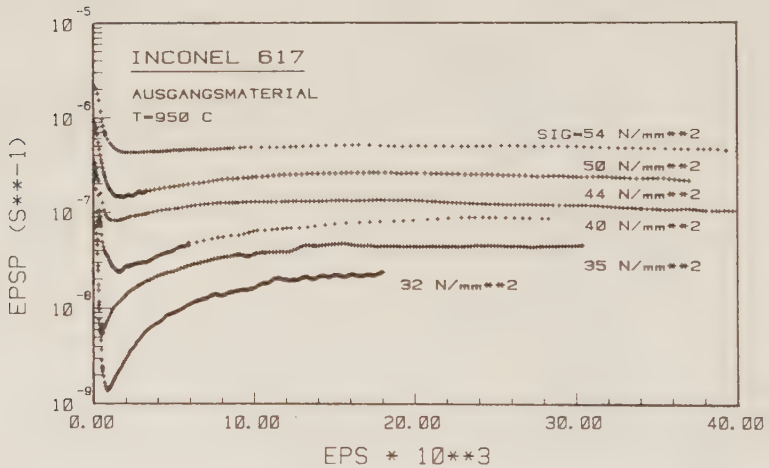


b)

Abb. 4.28: Kriechkurven für verschiedene Spannungen bei 850 °C
a) $\epsilon(t)$, b) differenziert $\dot{\epsilon}(\epsilon)$



a)



b)

Abb. 4.29: Kriechkurven für verschiedene Spannungen bei 950 °C

a) $\epsilon(t)$, b) differenziert $\dot{\epsilon}(\epsilon)$

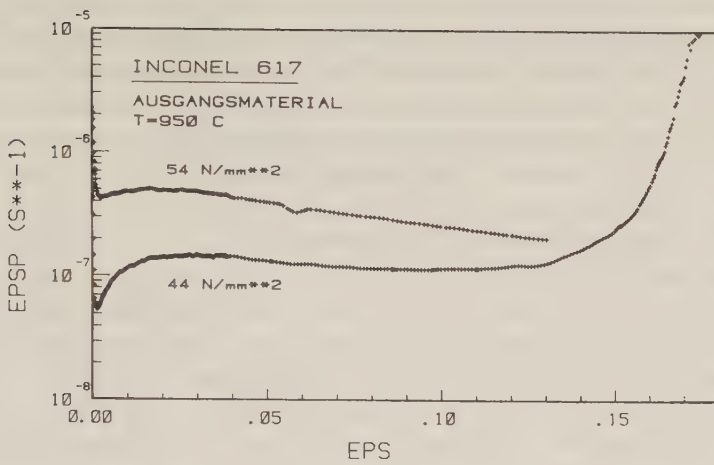


Abb. 4.29c: Differenzierte Kriechkurven von Versuchen aus Abb. 4.29b mit grossen Gesamtdehnungen

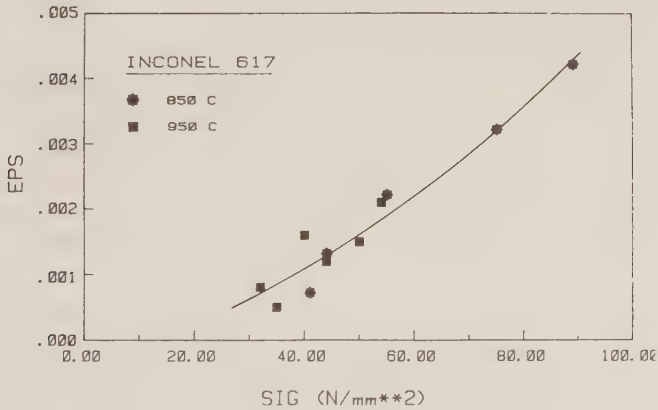


Abb. 4.30: Länge des Übergangsbereiches der Versuche aus Abb. 4.28 und 4.29 als Funktion der Spannung

Das Minimum liegt bei sehr kleinen Dehnungen (bis herunter zu 0.05 %). Der Zusammenhang zwischen σ und der Länge $\Delta\epsilon_{\min}$ des Übergangsbereiches, wie er sich bei 850 °C zeigt, ist hier nur bei den höheren Spannungen zu verfolgen. Bei den kleinen Spannungen bewirken u.U. mangelhafte Dehnungsauflösungen infolge nichtstabiler Temperaturverhältnisse während des Versuchs einen uneinheitlichen Gang. Trägt man $\Delta\epsilon_{\min}$ für beide Temperaturen gemeinsam in Abhängigkeit von der Spannung auf (Abb. 4.30), so ergibt sich temperaturunabhängig ein korrelierter Verlauf (vgl. /1/). Auch der Kriechkurvenverlauf ist unabhängig von der Temperatur bei naturgemäss unterschiedlichem $\dot{\epsilon}$ -Niveau. Abbildung 4.31 demonstriert diesen Sachverhalt beispielhaft für eine Spannung von 55 N/mm² im Vergleich zweier Kriechkurven aus jeweils der 850 °C- bzw. 950 °C-Verformungsreihe.

Der Wiederanstieg nach dem Minimum mündet bei allen Versuchen in einen horizontalen $\dot{\epsilon}$ -Verlauf. Wie aber aus Abbildung 4.29c hervorgeht, die die

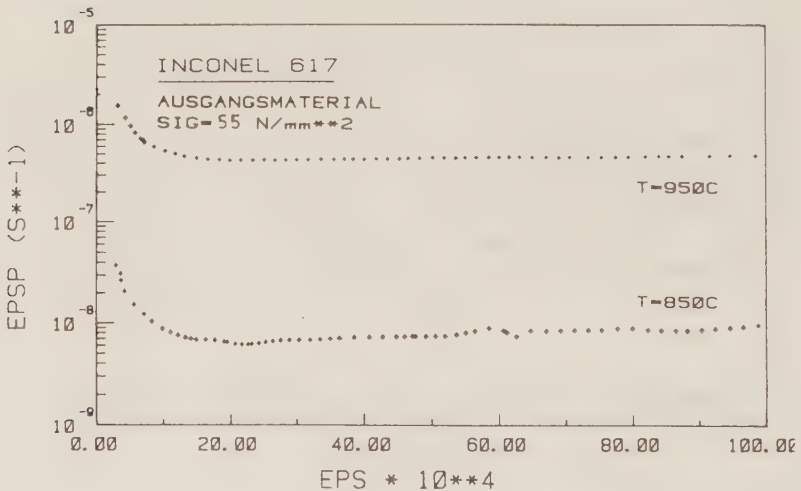


Abb. 4.31: Kriechkurven bei gleicher Spannung und unterschiedlicher Temperatur

beiden Versuche mit der grossen Gesamtdehnung zeigt, handelt es sich bei dem Horizontalbereich um ein breites Plateau, von dem aus die Kriechrate zu grossen Dehnungen hin allmählich wieder abfällt. Der Abfall erfolgt in der Auftragung $\log \dot{\epsilon} - \epsilon$ linear, bis schliesslich $\dot{\epsilon}$ zum Tertiärbereich hin wieder steil ansteigt. Dessen Länge macht mit einer Dehnung von ca. 10 % mehr als die Hälfte der Gesamtbruchdehnung von 17 % aus.

4. 2.2.2. Ausgelagertes Material

Wie schon im Rahmen der Gefügebeschreibung in Kapitel 4.1.2 angesprochen, umfasst die Vorauslagerung von fertigen Kriechproben Zeiten bis zu einem Jahr in der Abstufung von 175, 500, 3100, 8700 h bei 950 °C bzw. von 3100 h bei 850 °C.

Abbildung 4.32 zeigt Kriechkurven in differenzierter Form $\log \dot{\epsilon} - \epsilon$ für je einen Auslagerungszustand von 175 h/950 °C bzw. 3100 h/850 °C bei einer Verformungstemperatur von 850 °C und einer Spannung von 89 N/mm². Im Vergleich zu Ausgangsmaterial liegt das $\dot{\epsilon}$ -Niveau nach der Auslagerung insgesamt höher. Dabei bewirken offenbar 175 h bei 950 °C eine stärkere Gefügeentfestigung als 3100 h bei 850 °C. Zu Beginn erfolgt die Verformung der 175 h/950 °C-Probe allerdings noch geringfügig langsamer als diejenige von Ausgangsmaterial; $\dot{\epsilon}$ steigt aber innerhalb von 0.1 % Dehnung steil an, um dann sehr allmählich zu grossen Dehnungen hin wieder abzufallen. Bei Ausgangsmaterial fällt die Kriechrate bekanntermassen (Kap. 4.2.2.1) von Anfang der Verformung an zu einem Minimum ab. Bei der 3100 h/850 °C-Probe hingegen weist $\dot{\epsilon}$ fast überhaupt kein Übergangsverhalten auf, sondern nimmt mit zunehmender Dehnung in konstanter Steigung nahezu unmerklich ab.

Bei der Verformungstemperatur 950 °C und einer Spannung von 44 N/mm² erkennt man in Abbildung 4.33a den Alterungseinfluss durch die abgestufte Vorauslagerung bei 950 °C im Vergleich zu Ausgangsmaterial recht deutlich. Schon nach 175 h Auslagerungszeit setzt $\dot{\epsilon}$ deutlich höher ein. Mit zunehmender Auslagerungszeit über 500, 3100 zu 8700 h schreitet der Entfestigungseffekt weiter fort. Während bei Ausgangsmaterial für diese Spannung ein ausgeprägtes Minimum vorliegt, tritt es schon nach 175 h Auslagerung nicht mehr auf. Allerdings verhält sich die Kriechgeschwindigkeit

zu Beginn der Verformung dieses Auslagerungszustandes hier qualitativ auch anders als bei der 850 °C-Verformung (vgl. Abb. 4.32): Es stellt sich ein Übergangsbereich mit abnehmender Kriechrate ein. Auch nach 500 und 3100 h ist dies noch der Fall. Erst bei der 8700 h-Probe ist der anfängliche Anstieg der Kriechrate analog zur 175 h/950 °C-Probe bei der 850 °C-Verformung zu beobachten.

Nach dem kurzen Übergangsbereich fällt die Verformungsgeschwindigkeit für alle Auslagerungszeiten kontinuierlich ab (Abb. 4.33b). Der Abfall erstreckt sich über grosse Dehnungen, wie z.B. im Fall der 8700 h-Probe, wo $\dot{\epsilon}$ über eine Dehnung von 13 % um eine Grössenordnung abnimmt; danach beginnt der Tertiärbereich. (Die Probe ist bei $\epsilon = 19\%$ nicht gebrochen, wenn auch das Korngefüge schon stark geschädigt ist). Obwohl die Kriechrate bei Ausgangsmaterial zu grossen Dehnungen hin abfällt (vgl. auch Kap. 4.2.2.2), ist dort die Abnahme wesentlich schwächer, so dass $\dot{\epsilon}$ bei vorausgelagertem Material die Kriechkurve von Ausgangsmaterial schliesslich unterschreitet.

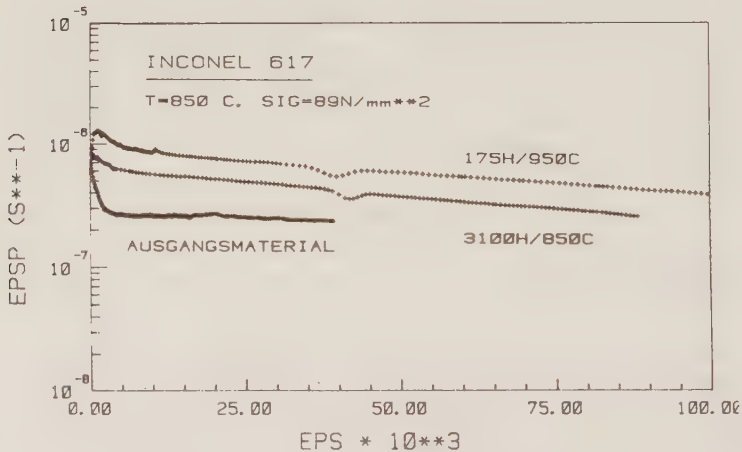
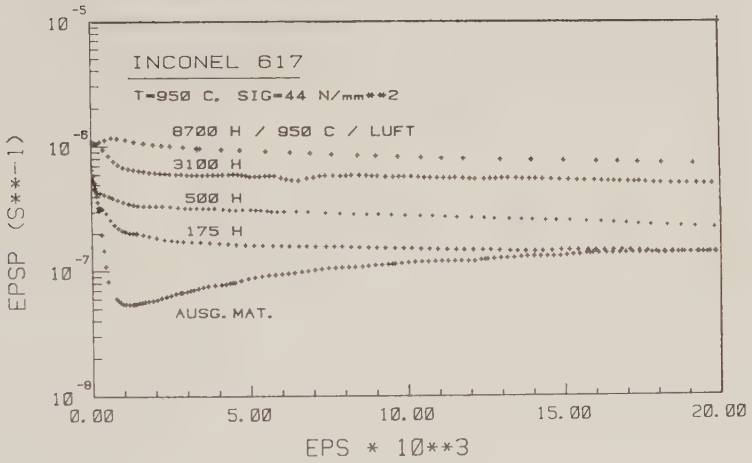
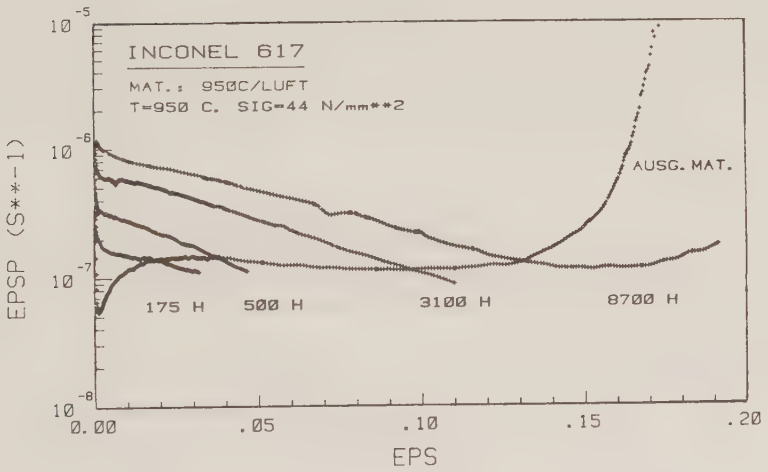


Abb. 4.32: Einfluss der Auslagerung bei 850 °C und 950 °C auf die Kriechverformung bei 850 °C



a)



b)

Abb. 4.33: Kriechkurven nach Auslagerung bei 950 °C;
a) bzw. b) mit unterschiedlicher Dehnungsauflösung

Den Einfluss der Spannung auf den Anfangsbereich der Kriechkurve von vor-
ausgelagertem Material verdeutlichen Abbildung 4.34b und 4.34c am Beispiel
der Verformung von 175 h-Proben bzw. 8700 h-Proben bei drei verschiedenen
Spannungen. Zum Vergleich sind in Abbildung 4.34a die Kriechkurven von
Ausgangsmaterial für die gleichen Spannungen zusammengestellt. Wie schon
besprochen, bewirkt die 175 h-Auslagerung bei einer Spannung von 44 N/mm^2
im Vergleich zu Ausgangsmaterial ein Ausbleiben des Minimums zu Beginn der
Verformung. Bei der höheren Spannung von 54 N/mm^2 steigt $\dot{\epsilon}$ sogar zunächst
ein wenig an, um erst dann zu grossen Dehnungen hin wieder abzufallen. Ge-
nau dieses Verhalten, d.h. die Ausbildung eines schwachen Maximums zu Be-
ginn der Verformung, ist aber auch bei der Verformung der 8700 h-Probe,
also nach wesentlich längerer Alterung, mit einer kleineren Spannung von
 44 N/mm^2 anzutreffen (Abb. 4.34c). Bei der kleinsten Spannung von 35 N/mm^2
weist die Kriechkurve nach der 175 h-Auslagerung dagegen ein Minimum auf
(Abb. 4.34b), das in seiner Ausprägung zu vergleichen ist mit dem $\dot{\epsilon}$ -Ver-
lauf bei Ausgangsmaterial und einer Spannung von 44 N/mm^2 (Abb. 4.34a).
Bei einer Spannung von 30 N/mm^2 ist auch nach 8700 h Auslagerung das An-
fangsmaximum verschwunden (Abb. 4.34c).

Abbildung 4.35 zeigt in einer schematischen Auftragung $\sigma(T)$ die Bedingun-
gen für das Auftreten des anfänglichen Ansteigens der Kriechkurve nochmals
im Überblick. Dabei ist das durch ein Anfangsmaximum bestimmte Feld durch
Linien zunehmender Alterungszeiten vom Feld des normalen (verfestigenden)
Übergangsverhaltens getrennt.

Über die Erfassung dieser Besonderheit im Anfangsbereich der Kriechkurve
hinaus lassen sich die Ergebnisse der Verformung von an Luft ausgelagertem
Material folgendermassen zusammenfassen: Das Werkstoffgefüge entfestigt
mit zunehmender Auslagerungszeit und Temperatur, so dass das Niveau der
Anfangskriechrate zu höheren Werten verschoben wird. Nach Auslagerungs-
zeiten, die in Bezug auf die Gesamtverformungszeit lang sind, so dass im
Laufe der Verformung keine weitere Gefügeentfestigung stattfindet, zeigt
sich, dass andererseits mit zunehmender Dehnung die Kriechrate abnimmt.
Ihre erneute Zunahme bei sehr grossen Dehnungen ist auf das Einsetzen von
brucheinleitenden Gefügeschädigungen zurückzuführen.

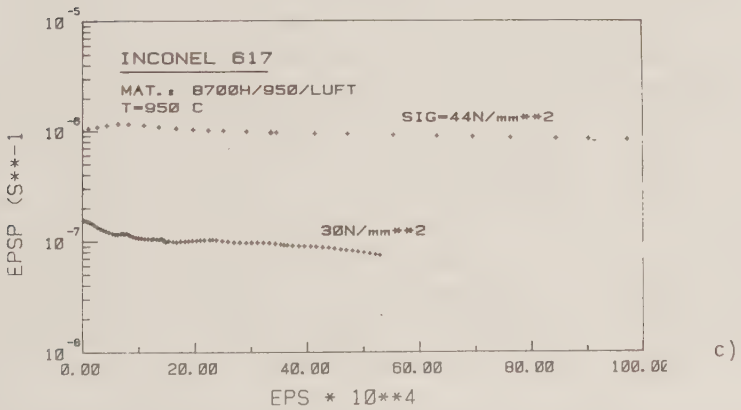
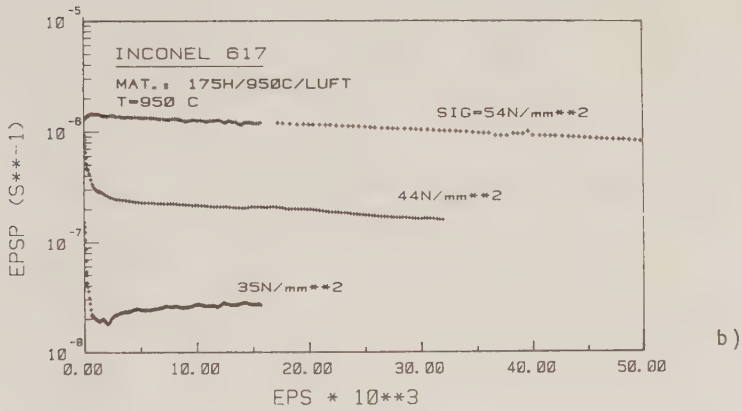
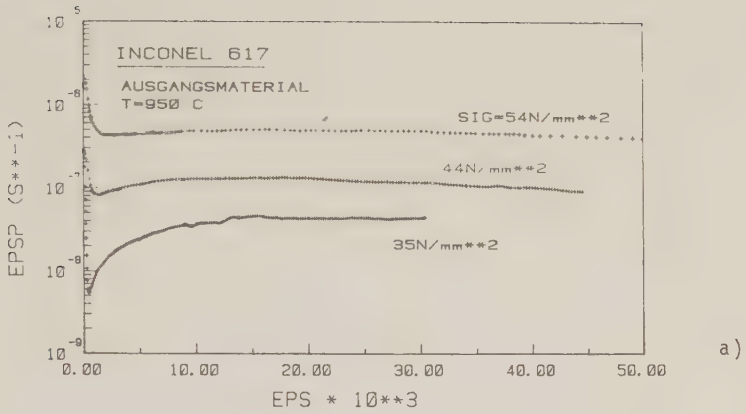


Abb. 4.34: Einfluss der Auslagerung auf den Anfangsbereich der Kriechkurve (siehe Text)

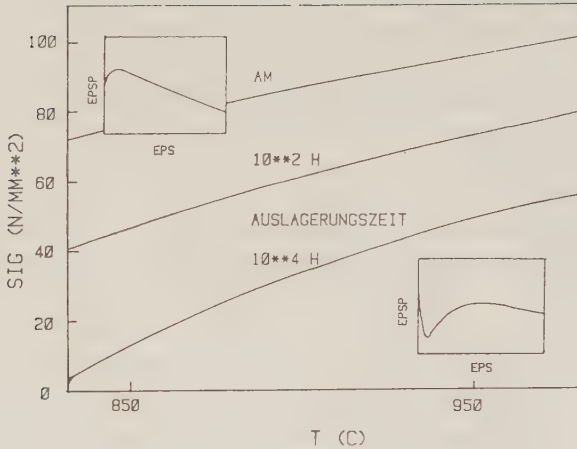


Abb. 4.35: Verformungskarte für den Anfangsbereich der Kriechkurve

4. 2.2.3. Aufgekohltes Material

Die Glühung bei 950 °C in $\text{CH}_4\text{-H}_2$ erzeugt, wie in Abbildung 4.23 gezeigt, während 46, 175, 5000 und 1000 h bei den Kriechproben Aufkohlungsringflächen, die entsprechend 34, 60, 85 und 100 % Anteil an der Probenquerschnittsfläche haben.

Die aufgekohlten Gefügezustände bewirken bei der Kriechverformung gegenüber Ausgangsmaterial und erst recht im Vergleich zu an Luft ausgelagerten Proben in allen Fällen eine deutliche Herabsetzung der Kriechgeschwindigkeit (Abb. 4.36 bis 4.39). Bei 850 °C (Abb. 4.36) erfolgt die $\dot{\epsilon}$ -Abnahme mit zunehmender Aufkohlungszeit von 175 h auf 500 h. Der $\dot{\epsilon}$ -Verlauf ist bei beiden Kurven ähnlich und weicht vom Bild der Kriechkurven des Ausgangsmaterials und der an Luft ausgelagerten Proben deutlich ab. Es bildet sich z.B. bei der 500 h-Probe (Abb. 4.37) ein verhältnismässig langgestreckter "normaler" Übergangsbereich aus, der wie beim "konventionellen" Kriechkurvenverlauf in einen Horizontalbereich für $\dot{\epsilon}$ einmündet, bis mit dem Ter-

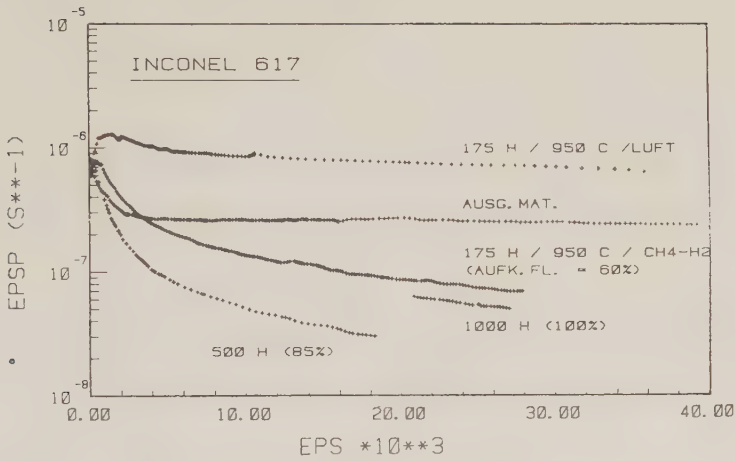


Abb. 4.36: Kriechkurvenverlauf von aufgekohltem Material bei Verformungstemperatur 850 °C

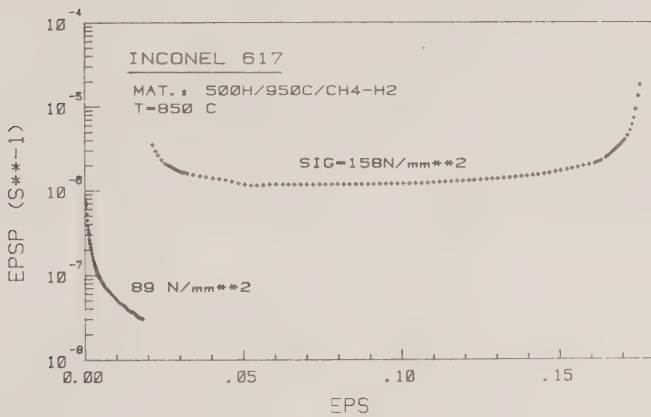


Abb. 4.37: Kriechkurvenverlauf nach 500 h Aufkohlung; wie Abb. 4.36, jedoch nach Spannungserhöhung

tiärbereich der Bruch eingeleitet wird. (Die Erfassung der vollständigen Kriechkurve war bei der starken Verfestigung aus Zeitgründen erst nach einer Spannungserhöhung auf 158 N/mm^2 möglich.) Für die Einbeziehung der 1000 h-Probe in Abbildung 4.36 muss hier in Form eines Kriechkurvenabschnitts, der sich nach einem Temperaturwechsel einstellt, auf das nächste Kapitel vorgegriffen werden (Abb. 4.65). Berücksichtigt man diesen Kriechkurvenabschnitt im Vergleich mit der 175 h- bzw. 500 h-Probe, so wird klar, dass zwischen der Aufkohlung nach 500 h und derjenigen nach 1000 h ein Maximum der Verfestigungswirkung auftreten muss: Die vollaufgekohlte 1000 h-Probe ist "weicher" als die 500 h-Probe mit 85 % Aufkohlungsfläche.

Bei der Verformungstemperatur 950°C (Abb. 4.38) liegt dieses Maximum der Aufkohlungsverfestigung offenbar noch unterhalb der kürzesten Aufkohlungszeit von 46 h, da die Kriechkurven für längere Aufkohlungszeiten zunehmend zu höheren Verformungsgeschwindigkeiten verschoben sind. Sie unterschreiten jedoch die Kriechkurve für Ausgangsmaterial und erst recht für vergleichbar lang an Luft ausgelagertes Material beträchtlich. Der Verlauf der Kriechkurven ist demjenigen bei 850°C ähnlich.

Analog zu dem Vergleich von Ausgangsmaterial und ausgelagertem Material in den Abbildungen 4.34a, b, c ist in den Abbildungen 4.40a und b der Einfluss der Spannung auf den Anfangsbereich der Kriechkurve von aufgekohltem Material ($175 \text{ h}/950^\circ\text{C}/\text{CH}_4\text{-H}_2$) demonstriert und mit dem Übergangsverhalten von gleichlang an Luft ausgelagertem, mit den gleichen Spannungen verformtem Material verglichen (Abb. 4.40a ist identisch mit Abb. 4.34a).: Der Vergleich macht deutlich, dass bereits bei dem 60%-igen Anteil von Aufkohlungsfläche am Probenquerschnitt der Verlauf des Übergangsbereiches im Sinne von Abbildung 4.37 von der Spannung unabhängig wird, d.h. im Gegensatz zu an Luft ausgelagertem Material bei allen drei Spannungen normales Verfestigungsverhalten aufweist.

Schliesslich demonstriert Abbildung 4.39, dass eine langzeitige Vorauslagerung von 3100 h bei 950°C an Luft vor der Aufkohlung ($500 \text{ h}/\text{CH}_4\text{-H}_2$) den Einfluss der Aufkohlung auf die Kriechrate kaum beeinträchtigt. Die gegenüber der Referenzkriechkurve einer $500 \text{ h}/\text{CH}_4\text{-H}_2$ -Probe ohne Vorauslagerung leicht erhöhte Kriechrate kann qualitativ auf die Alterung des von der Aufkohlung noch unbeeinflussten Probenkerns (15 % der Querschnittsfläche) zurückgeführt werden.

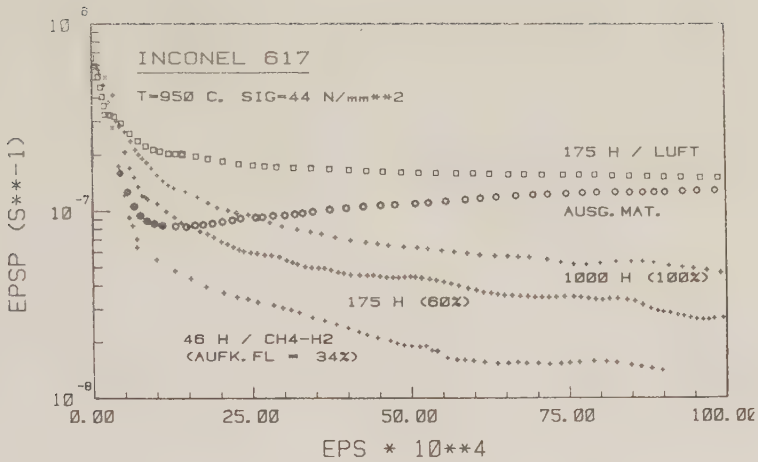


Abb. 4.38: Kriechkurvenverlauf von aufgekohltem Material bei Verformungstemperatur 950 °C

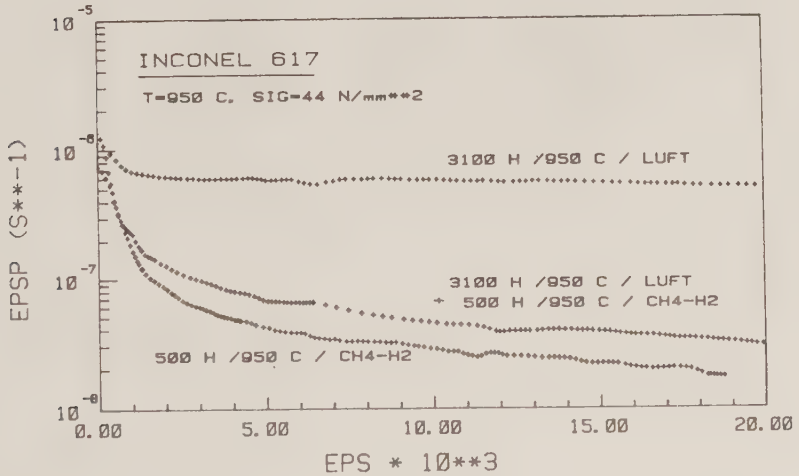
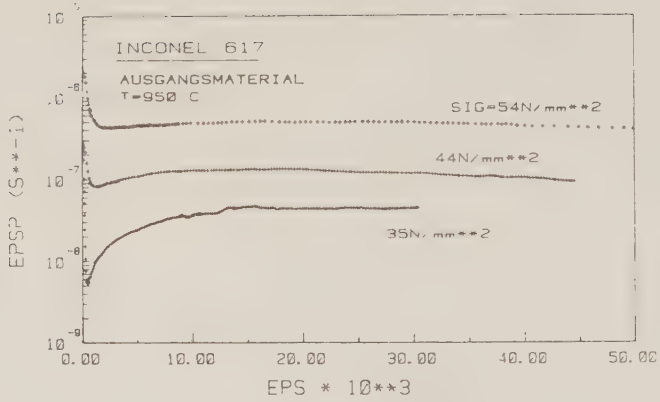
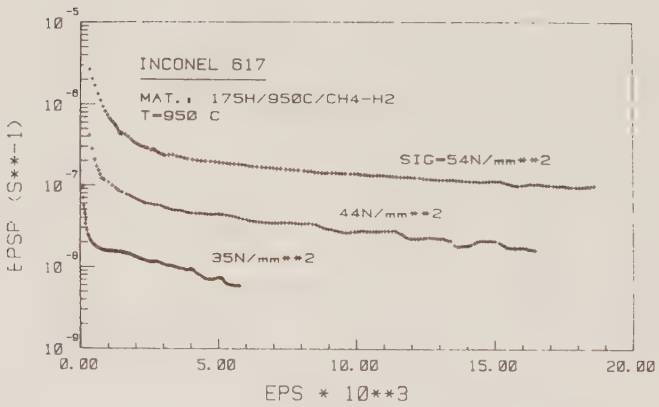


Abb. 4.39: Einfluss von Auslagerung und Aufkohlung auf den Kriechkurvenverlauf im Vergleich



a)



b)

Abb. 4.40: Einfluss der Aufkühlung auf den Anfangsbereich der Kriechkurve (vgl. Abb. 4.34)

4. 2.3. Verformungsstruktur

4. 2.3.1. Versetzungen

Im folgenden wird rein phänomenologisch an Hand von TEM-Beobachtungen die Entwicklung der Versetzungsstruktur im Laufe der Kriechverformung besprochen. Die Abbildung 4.41 zeigt zunächst im schematischen Überblick bezogen auf je eine exemplarische Kriechkurve für Ausgangsmaterial bzw. für stark vorgealtes Material die Zuordnung der Versetzungsstruktur zu einzelnen Verformungszuständen.

Die Ausgangsstruktur für die 950 °C-Verformung von nicht vorausgelagertem Material ist in Kapitel 4.1.2. (Abb. 4.14) bereits vorgestellt worden. Nach einer Belastung dieser Struktur mit einer mittelgrossen Spannung von 44 N/mm² erscheint im Minimum der Kriechkurve, also nach ca. 0.2 % Dehnung und einer Zeit von etwa 10 h, die Versetzungsstruktur qualitativ unverändert (Abb. 4.42): Die Versetzungen sind teils mit Karbiden, die sich auf

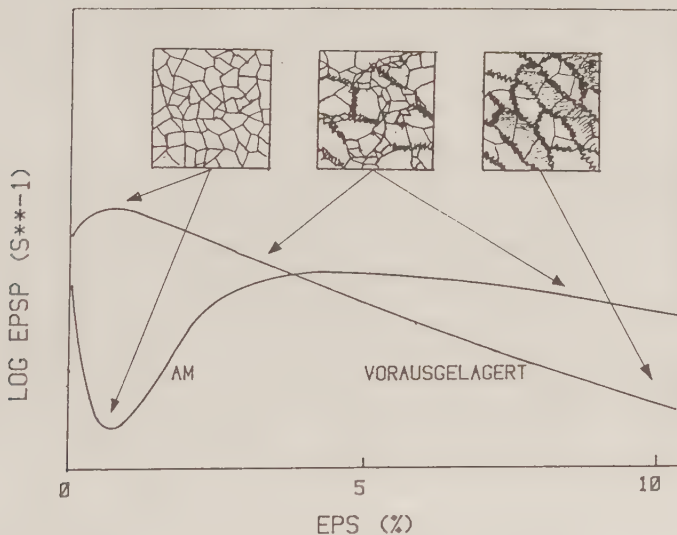


Abb. 4.41: Versetzungsstruktur entlang der Kriechkurve (schematisch)

ihnen ausgeschieden haben, verhakt, teils sind sie zwischen den Karbiden regellos verteilt. In Bereichen geringer Karbiddichte ist auch die Versetzungsdichte gering, zwischen den Karbidreihen kommen versetzungsfreie Felder vor. Besondere Verfestigungsstrukturen sind jedoch nicht auszumachen. Insgesamt ist die Versetzungsstruktur im Massstab der TEM-Durchstrahlbarkeit trotz der starken Dichteschwankungen im Sinne der Verformungstheorien /11/ als homogen anzusprechen.

Ebenso wie die Versetzungsstruktur bei der mittelgrossen Spannung ist bei höheren und niedrigeren Spannungen die Versetzungsanordnung bei Ausgangsmaterial im Bereich des $\dot{\epsilon}$ -Minimums bzw. am Ende des Übergangsbereiches statistisch regellos. Die Dichte stellt sich entsprechend dem Spannungsniveau ein. Abbildung 4.43 zeigt, dass auch bei 850 °C für eine Spannung von 41 N/mm² die Versetzungsstruktur im Minimum bei einer Dehnung von 0.15 % nach einer Versuchszeit von über 1200 h weitgehend unverfestigt bleibt.

Mit zunehmender Dehnung, etwa im Bereich des Plateaus der Kriechkurve für Ausgangsmaterial (Abb. 4.41) kommt es insbesondere bei 950 °C am Rand von Gebieten geringer Karbiddichte, entlang von Karbidreihen zu lokalen Versetzungsverdichtungen in zunächst völlig ungeordneter Konfiguration (Abb. 4.44). Insbesondere als Begrenzung grösserer karbidfreier Felder entwickeln sich aus den Versetzungsdickichten höhergeordnete Konfigurationen und schliesslich Netzwerke heraus, wobei die Netzwerkwände mit den Karbiden verhakt sind. Mit weiter zunehmender Verformung, im Bereich wieder abnehmender Kriechrate (Abb. 4.41), dehnt sich der Heterogenisierungsvorgang auch auf Felder höherer Karbiddichte aus, bis durch Verbindung einzelner Substrukturwände bei grossen Dehnungen vollständige Subkörner und schliesslich ein nahezu lückenloses Subkorngefüge entstehen (Abb. 4.45). Im Laufe der Verformungszeit altert zudem das Karbidgefüge (vgl. Kap. 4.1.1.2), so dass die Substrukturausbildung durch die damit verbundene Erweiterung der karbidarmen Bereiche zusätzlich begünstigt wird.

Bei 850 °C ist die Karbiddichte von vorneherein höher; auch die Karbidalterung während der Verformungszeit ist schwächer ausgeprägt als bei 950 °C. Versetzungsstrukturen in Form von Versetzungsdickichten und Subkörnern, die für Verfestigung typisch sind, treten erst bei wesentlich grösseren Dehnungen und nur unvollkommen ausgebildet auf (Abb. 4.13).



Abb. 4.42/4.43: Versetzungsstruktur von Ausgangsmaterial im Minimum der Kriechrate bei 950 °C für eine Spannung von 44 N/mm² bzw. 850 °C für eine Spannung von 41 N/mm² (TEM-Aufnahmen)

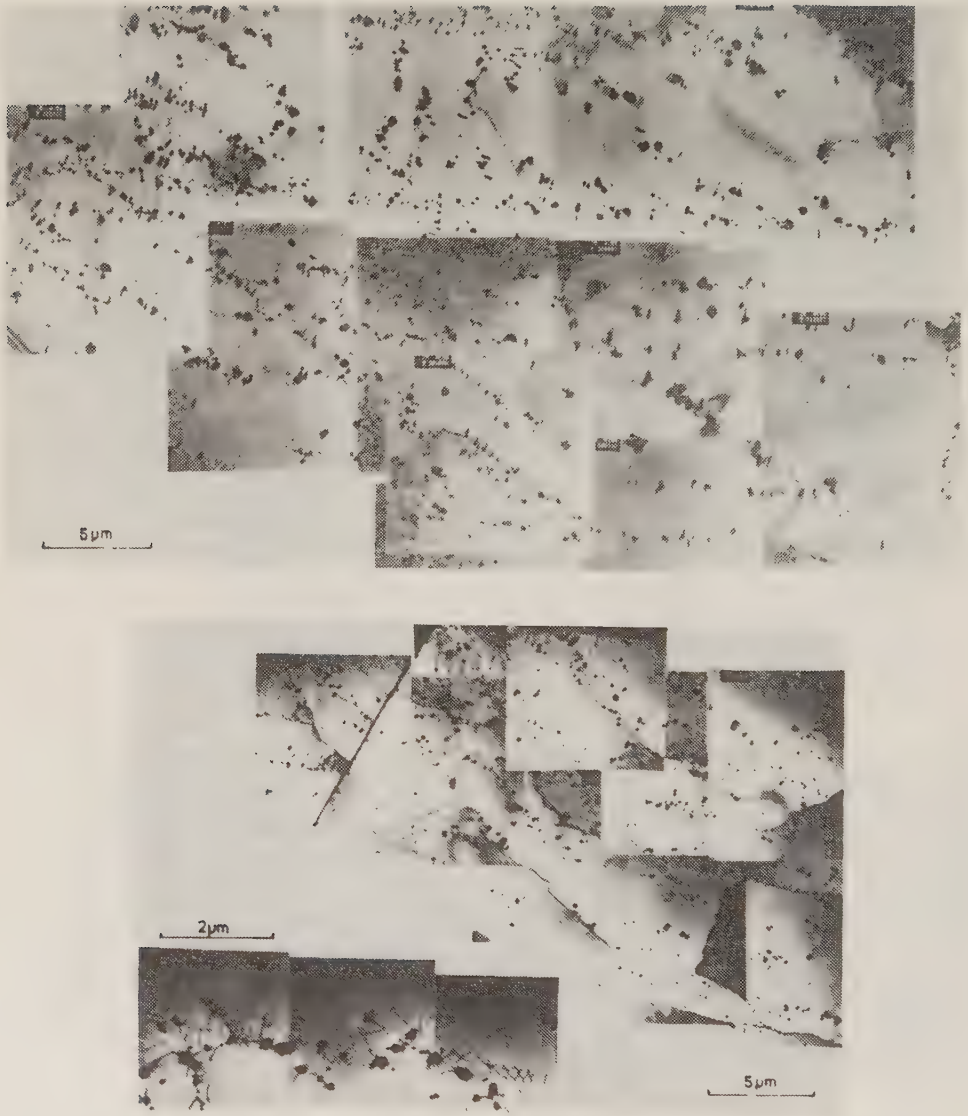


Abb. 4.44/4.45: Versetzungsstruktur von Ausgangsmaterial bei 44 N/mm^2 und 950°C nach einer Dehnung von 4 % bzw. 18 % (TEM-Aufnahmen)

Der Zusammenhang zwischen der Karbidverteilung und Heterogenisierung der Versetzungsstruktur wird besonders deutlich, wenn man die Entwicklung der Versetzungsstruktur bei Verformung von ausgelagertem Material verfolgt. Da mit der Vorauslagerung in jedem Fall eine Karbidstrukturauflockerung verbunden ist, setzt die Bildung von Zell- und Subkornwänden im Vergleich zu Ausgangsmaterial schon bei entsprechend kleinen Dehnungen, oft schon zu Beginn der Verformung ein. Aus Abbildung 4.41 wird ersichtlich, dass der frühzeitige Heterogenisierungsbeginn auch mit einem Abfall der Kriechrate bei entsprechend kleinen Dehnungen verbunden ist. Bei grösseren Verformungsgraden erreichen die Netzwerkände wesentlich höhere Dichten als in Ausgangsmaterial, was im hohen Orientierungsunterschied benachbarter Subkörner zum Ausdruck kommt (Abb. 4.46). Der Abfall der Kriechrate ist hier auch steiler als bei Ausgangsmaterial (Abb. 4.41). Die längliche Subkornform mit einem Schlankheitsgrad von 0.4 im Falle der 3100 h/950 °C-Probe nach 11 % Dehnung wird durch die zeitliche Anordnung der Karbide erzwungen. Im Bereich ausscheidungsfreier Korngrenzensäume nehmen die Subkörner eine nahezu äquiaxiale Form an (Schlankheitsgrad 0.8) (Abb. 4.48). Der Umfang der länglichen Subkörner stimmt mit dem Umfang der Subkörner im Korngrenzenbereich im Mittel überein. Für eine Spannung von 44 N/mm² beträgt der kreisäquivalente Subkorndurchmesser, berechnet aus der Umfangsverteilung, $L_{sk} = 7.8 \mu\text{m}$.

Bei 850 °C ist nach gleichlanger Vorauslagerung von 3100 h und einer vergleichbaren Gesamtdehnung von 9 % die Substruktur bei einer Spannung von 89 N/mm² weitaus geringer entwickelt. Lediglich in Korngrenzennähe sind vollkommen ausgebildete Subkörner zu erkennen (Abb. 4.47). Im Vergleich mit der stark abfallenden Schema-Kriechkurve in Abbildung 4.41, die ja eher für die hohe Verformungstemperatur repräsentativ sein soll, erfolgt die Abnahme der Verformungsgeschwindigkeit bei 850 °C nach 3100 h Auslagerung (vgl. Abb. 4.32) aber auch wesentlich schwächer. Der mittlere Subkornumfang ergibt hier einen kreisäquivalenten Durchmesser von 4 μm und verhält sich zu dem oben angegebenen Wert von 7.8 μm - unter dem Vorbehalt hinreichender statistischer Absicherung - ziemlich genau umgekehrt wie die beiden Spannungen 89 : 44 N/mm², d.h. etwa 1 : 2.

Abbildung 4.49 fasst den Einfluss der Karbidverteilung auf die Entwicklung der Versetzungsstruktur in einem Diagramm $T(\epsilon)$ qualitativ zusammen. Darin

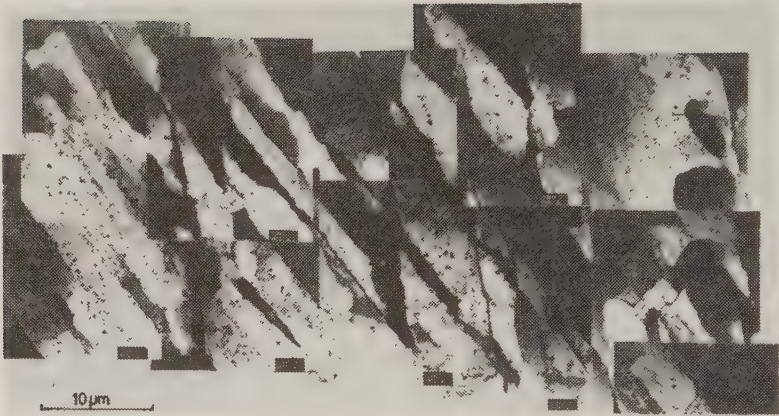


Abb. 4.46: Versetzungsstruktur von vorausgelagertem Material (3100h/
950 °C) bei 44 N/mm² und 950 °C nach einer Verformung von 11 %
(TEM-Aufnahmen)

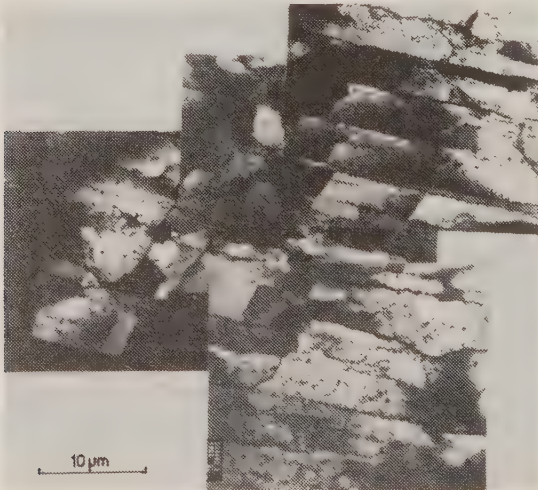


Abb. 4.47: Versetzungsstruktur von vorausgelagertem Material (3100h/
850 °C) bei 89 N/mm² und 850 °C nach einer Verformung von 9 %
(TEM-Aufnahmen)



Abb 4.48: Versetzungsstruktur wie in Abb. 4.46, jedoch im Korngrenzenbereich (TEM-Aufnahmen)

sind die Existenzbereiche von homogener und heterogener Versetzungsanordnung durch Linien zunehmender Karbidalterungszeiten voneinander getrennt. Das Diagramm soll nochmals herausstellen, dass die Heterogenisierung, d.h. die Substrukturbildung, die bei Ausgangsmaterial erst mit grossen Verformungsgraden einsetzt und auch dann nur verzögert den weiteren Kristall erfasst, mit zunehmender Karbidstrukturauflockerung infolge Alterung zu immer kleineren Dehnungen verschoben wird. Die Temperatur spielt nicht nur eine Rolle als Alterungstemperatur im Hinblick auf Ausscheidungs- und Wachstumsverhältnisse im Karbidgefüge; vielmehr ist hier der unmittelbare Einfluss der Temperatur auf Verfestigungsprozesse während der Verformung angesprochen. Ob die angelegte Spannung für das Einsetzen der

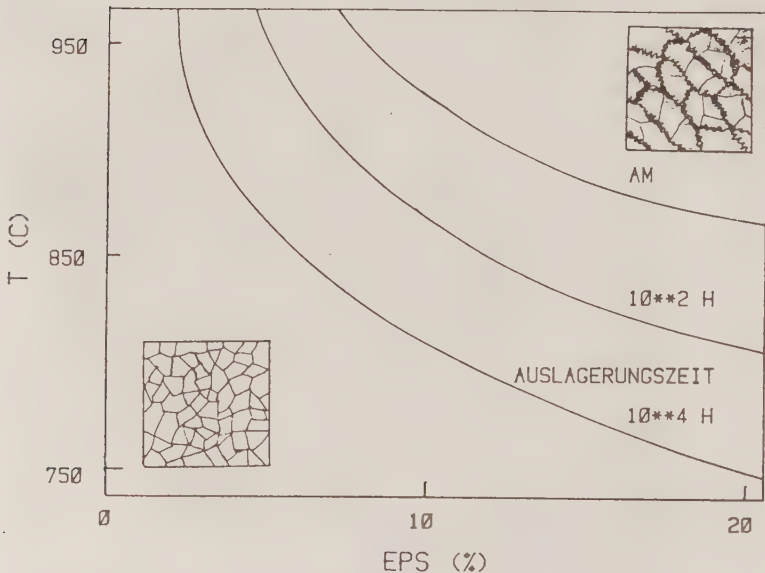


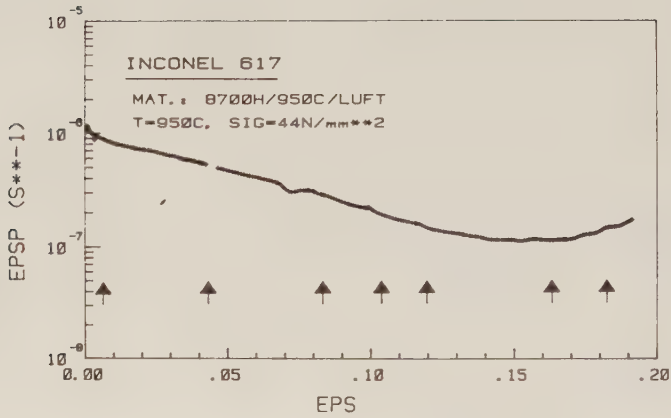
Abb. 4.49: Versetzungsstrukturkarte (siehe Text)

Heterogenisierung von Bedeutung ist, kann aufgrund der vorliegenden Beobachtungen nicht angegeben werden. Sobald sich eine Substruktur ausbildet, scheint jedoch die Subkorngrösse, wie obige Ergebnisse zeigen, unabhängig von der Karbidverteilung wie im Fall von einphasigem Material allein von der Spannung abzuhängen.

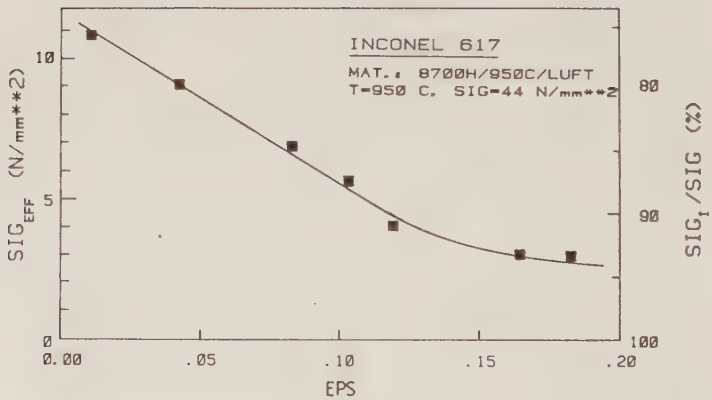
Der permanente Abfall der Kriechrate bis zu grossen Dehnungen hin, der in den vorliegenden Versuchen mit dem Heterogenisierungsvorgang gut korreliert werden kann (vgl. Abb. 4.41), deutet an, dass sich eine Gleichgewichtssubstruktur, d.h. eine stationäre Versetzungsstruktur, zumindest im Rahmen der hier auftretenden Bruchdehnungen von maximal 20 %, nicht einstellt, Denn solange die Substrukturbildungsperiode nicht abgeschlossen ist, bewirkt der mit der heterogenen Spannungsverteilung verbundene Aufbau langreichweitiger innerer Gegenspannungen die weitere Abnahme der Verformungsgeschwindigkeit.

Ohne der Diskussion der einzelnen Verformungszustände in Kapitel 5 vorzugreifen, sei hier auf die Ergebnisse von dip-tests hingewiesen, die die Entwicklung dieser inneren Spannungen im Verlaufe eines Kriechversuches kennzeichnen sollen. Dieses Spannungsreduktionsverfahren, das auf Solomon /56/ zurückgeht, ist als Verfahren zur absoluten Bestimmung der inneren Spannung (/57/,/58/,/59/) umstritten, da selbst nach einer geringen Spannungserniedrigung anelastische Rückverformung angenommen werden darf und damit das Kriterium, ob die Kriechgeschwindigkeit unmittelbar nach der Spannungserniedrigung positiv oder negativ ist, allein von der Schnelligkeit und dem Auflösungsvermögen der Dehnungsmessung bzw. -aufzeichnung abhängt. In der vorliegenden Messung wird keine absolute Angabe der inneren Spannung σ_i beansprucht, sondern ihre relative Veränderung mit zunehmender Kriechdehnung. Das Kriterium für positive oder negative Verformungsgeschwindigkeit ist willkürlich der Qualität der Dehnungsaufzeichnung angepasst, aber in allen Fällen gleich.

In Abbildung 4.50a sind Spannungsreduktionsversuche an einer stark vorgealterten (8700 h/950 °C) Probe entlang der Kriechkurve (vgl. auch Abb. 4.33b) markiert. Die gewonnenen σ_i -Werte sind von der angelegten Spannung (44 N/mm^2) abgezogen und die Differenz als σ_{eff} zum Vergleich mit der Kriechkurve über der zugehörigen Kriechdehnung aufgetragen



a)



b)

Abb. 4.50: Spannungsreduktions-Versuche (dip-test) an ausgelagertem Material

a) Kriechkurve, b) effektive Spannung $\sigma_{\text{eff}} = \sigma - \sigma_i$
bzw. σ_i/σ als Funktion der Dehnung

(Abb. 4.50b). Die Ähnlichkeit von ϵ -Verlauf und σ_{eff} -Abnahme (d.h. σ_j -Zunahme) unterstreicht die Annahme, dass auch bei grossen Dehnungen die stationäre Versetzungsstruktur noch nicht vollständig eingestellt ist. Ab 15 % Verformung bleibt σ_{eff} bzw. σ_j zwar konstant, jedoch nur, weil mit Beginn des Tertiärbereiches (Abb. 4.50b) die angelegte Spannung verstärkt für Rissvorgänge verbraucht wird und damit für die weitere Versetzungsverfestigung nicht mehr zur Verfügung steht. Allerdings macht σ_j hier bereits 93 % der angelegten Spannung aus, so dass sich bei grösserer Bruchdehnung unter Umständen ein Stationärbereich nach einigen weiteren Prozent Dehnung hätte herausbilden können.

Für die Beurteilung der Versetzungsstrukturentwicklung in aufgekohltem Material liegen nur in wenigen Fällen Durchstrahlungsaufnahmen von Aufkohlungs- bzw. Verformungszuständen vor. Insbesondere fehlt auch der direkte Vergleich zur Versetzungsstruktur in der entsprechenden Ringzone des unverformten Materials. Zu Beginn der Verformung bestimmt jedenfalls die erhöhte Versetzungsdichte aus dem Karbidbildungsprozess (vgl. 4.1.3) das Strukturbild weitgehend. Insbesondere dürfte die hohe Versetzungsdichte in den stark aufgekohlten oberflächennahen Zonen (vgl. Abb. 4.22) durch Belastung der Probe mit mittelgrossen Spannungen zunächst kaum beeinflusst werden.

Im weiteren Verformungsverlauf (Abb. 4.51) lagern sich die Versetzungen in den weiten Freiräumen zwischen den grossen Aufkohlungskarbiden und in den breiten ausscheidungsfreien Korngrenzensäumen ungehindert zu Zell- und Substrukturwänden zusammen. Abbildung 4.52 zeigt, dass auch im Übergangsbereich zum unbeeinflussten Material hin, wo kleinere, dichterliegende Karbide zwischen den grossen vorkommen, nach grossen Dehnungen die Substruktur entsprechend weniger weit entwickelt ist.

4. 2.3.2. Korngefüge

Die Analyse der Verformungseinflüsse auf das Korngefüge beschränkt sich auf einige Einzelbefunde zur Frage des Korngrenzgleitanteils an der Gesamtverformung. Für eine systematische Untersuchung der Kornverformung bzw. des Rissverlaufs im Bruchbereich reichen die vorhandenen Messdaten nicht aus.



Abb. 4.51: Versetzungsstruktur von aufgekohltem Material (500 h / 950 °C) im Korngrenzenbereich hinter der Reaktionsfront, nach einer Verformung von 4 % bei 950 °C und 44 N/mm² (TEM-Aufnahmen)

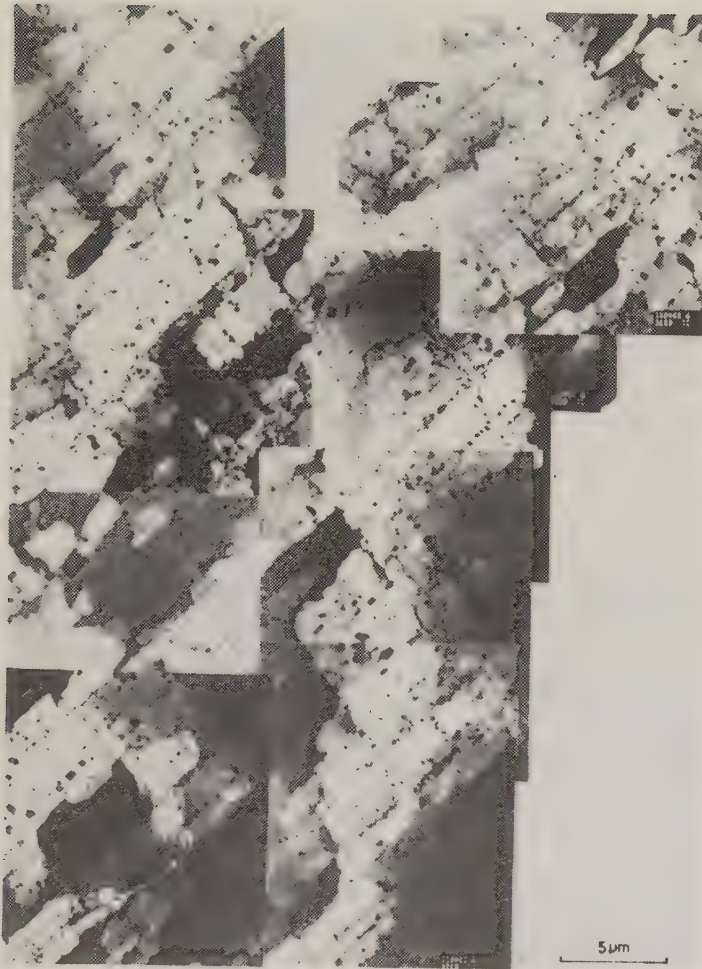


Abb. 4.52: Versetzungsstruktur von aufgekohltem Material (500 h / 950 °C) im Bereich der Reaktionsfront nach einer Verformung von 17 % bei 850 °C und 158 N/mm²

Zur ersten Kennzeichnung ist in Abbildung 4.53 die Oberfläche einer Probe aus ausgelagertem Material ($175 \text{ h}/950^\circ\text{C}$) vorgestellt. Nach einer Verformung von 14 % an Luft bei einer Temperatur von 950°C und einer Spannung von 54 N/mm^2 weist die Probe quer zur Zugrichtung eine Vielzahl von Rissen auf. Dem Längsschliff (Abb. 4.54) ist zu entnehmen, dass die Risse hauptsächlich entlang Korngrenzen verlaufen und etwa eine halbe Korngrösse unterhalb der Oberfläche enden. Auch weiter innen reissen Korngrenzen quer zur Belastungsrichtung auf. Die gebogenen Karbidreihen im angrenzenden Korn deuten auf Kornverformung hin.

Hinweise auf Korngrenzengleitung liefert die REM-Untersuchung der Kriechprobenoberfläche z.B. nach 3%-iger Verformung bei 950°C und einer Spannung von 35 N/mm^2 (Abb. 4.55), wo unter der Oxidschicht Korngrenzenstufen zu erkennen sind. Noch deutlicher treten die Stufen zwischen benachbarten Körnern nach 8%-iger Verformung einer Flachprobe in reduzierender H_2 -Atmosphäre bei nahezu gleichen Verformungsbedingungen hervor (Abb. 4.56). Ihre stereoskopische Vermessung /60/ liefert eine mittlere Stufenhöhe von $8 \mu\text{m}$. Unter der Annahme eines Abgleitwinkels von 45° entspricht diese Stufenhöhe auch einer Probenverlängerung um $8 \mu\text{m}$ pro Korn. Bei einer mittleren Korngrösse von $500 \mu\text{m}$ und einer Probenmesslänge von 10 mm beträgt damit die Gesamtprobenverlängerung $20 \cdot 8 \mu\text{m} = 160 \mu\text{m}$ bzw. der Dehnungsbeitrag 1.6 %. An der Gesamtprobenverformung von 8 % hätte ϵ_{kg} nach dieser einfachen Abschätzung also einen Anteil von 20 %.

Man muss hier allerdings einwenden, dass sich die Kornverschiebung, die an der Probenoberfläche sichtbar wird, im Probeninnern i.a. nicht im selben Ausmass fortsetzt /55/. Auch ist zu beachten, dass der Einsatz der Testprobe in H_2 -Atmosphäre zu Entkohlung, d.h. zur Auflösung der oberflächen-nahen Korngrenzenkarbide und damit zur Begünstigung von Korngrenzengleitung gerade bei diesen Oberflächenkörnern führen kann. Insgesamt ist deshalb die obige Betrachtung sicherlich als Maximalabschätzung anzusehen, die aber bei der vorliegenden Korngrösse den Hauptanteil an der Gesamtverformung der Kornverformung zuweist. Mit abnehmender Korngrösse dürfte die Korngrenzengleitung jedoch verstärkt in den Vordergrund rücken. Diese Aussagen beziehen sich auf die Verformungsvorgänge im relativ ungeschädigten Gefüge. Sie berühren damit nicht die Frage, in welchem Masse selbst der geringe Korngrenzgleitanteil in Verbindung mit Oxidationsprozessen an den Korngrenzen etwa die Brucheinleitung beschleunigen könnte.



Abb. 4.53: Probenoberfläche nach Verformung (14 %) an Luft bei 950 °C und 54 N/mm² (Li.Mi.-Aufnahme)



Abb. 4.54: Längsschliff entlang der Probenoberfläche nach einer Verformung von 18 % bei 950 °C und 44 N/mm² (Li.Mi.-Aufnahme)

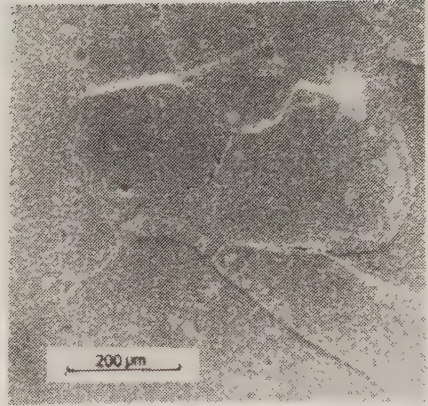
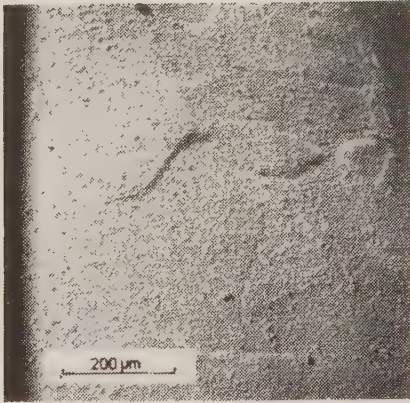


Abb. 4.55 (links): Probenoberfläche einer Rundzugprobe nach Verformung (3 %) an Luft bei 950 °C mit 35 N/mm² (REM-Aufnahme)

Abb. 4.56 : Probenoberfläche einer Flachzugprobe nach Verformung (8 %) in H₂ bei 950 °C mit 44 N/mm² (REM-Aufnahme)

4. 2.4. Kriechverhalten nach Spannungs- und Temperaturwechseln

Spannungs- und Temperaturwechsel im Kriechversuch werden i.a. durchgeführt, um den Zeit- und Probenaufwand bei der Bestimmung der Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der Kriechrate gering zu halten. Die Übertragbarkeit der so bestimmten Abhängigkeiten auf das Verformungsverhalten in monotonen Versuchen setzt trivialerweise die Identität des Phasengefüges sowie die rasche Einstellung einer der neuen Verformungsbedingung nach dem Wechsel entsprechenden stationären Verformungsstruktur voraus /1/. Beide Voraussetzungen sind nach Ausweis von Kapitel 4.1.2 und 4.2.3 bei den hier interessierenden Verformungsbedingungen nicht erfüllt. Sowohl das veränderliche Phasengefüge als auch insbesondere die sich im Laufe der Verformung stark verzögert aufbauende heterogene Versetzungsstruktur bewirken an

jeder Stelle der Kriechkurve eine erhebliche Abweichung vom klassischen (stationären) Verlauf (vgl. Kap. 4.2.2). Die Durchführung der Wechsel erlaubt jedoch die breitere Erfassung von Besonderheiten in der Kriechkurve, insbesondere während des Übergangsbereiches nach einem Spannungswechsel. Ausserdem wird man durch Vergleich mit den Basisdaten aus den monotonen Versuchen Hinweise zur Interpretation des Verformungsverhaltens erwarten, was wiederum dazu beiträgt, zu einer verallgemeinerten Abgrenzung solcher Fälle zu gelangen, in denen die Übertragbarkeit zwischen den beiden Versuchsmoden weitgehend möglich ist /11/.

Wegen der veränderlichen Gefüge- und Strukturverhältnisse, deren Auswirkungen auf die Kriechrate in Kapitel 4.2.3 beschrieben worden sind, macht dieser Vergleich die Berücksichtigung von jeweils abgelaufener Versuchszeit und Verformungsgrad zum Zeitpunkt des Wechsels bei der Bewertung des $\dot{\epsilon}$ -Niveaus erforderlich; eine dreidimensionale Darstellung $\log \dot{\epsilon} - \epsilon - t$ wäre daher wünschenswert. In den vorliegenden Betrachtungen erfolgt die Vorstellung der σ - und T-Wechsel allerdings nur in separaten Auftragungen $\log \dot{\epsilon} - \epsilon$ und $\log \dot{\epsilon} - t$, die dann entsprechend aufeinander bezogen werden müssen.

Abbildung 4.57 zeigt Spannungs- und Temperaturwechsel an Ausgangsmaterial nach einer monotonen Vorverformung von ca. 3 % bei einer Grundtemperatur von 950 °C und einer Spannung von 40 N/mm². Sowohl nach Spannungserniedrigung als auch -erhöhung stellt sich ein normaler Übergangsbereich ein, d.h. nach der Erniedrigung steigt $\dot{\epsilon}$ zu dem neuen Niveau an und fällt bei σ -Erhöhung auf das neue Niveau ab. (Die Begriffe normal bzw. anomal in Bezug auf den Übergangsbereich werden hier im Sinne von Literatur /1/ gebraucht.) Erst zu höheren Spannungen hin wird der Übergangsbereich weniger ausgeprägt und verläuft nach Spannungserhöhung auf Werte über 45 N/mm² schliesslich anomal. Das anomale Übergangsverhalten verstärkt sich noch nach Temperaturwechseln auf die niedrigeren Temperaturen 900 °, 850 °, 800 °C.

Hinsichtlich der Verformung von Ausgangsmaterial bei der Grundtemperatur 850 °C ist nach Spannungswechseln (Abb. 4.58) wegen der dort insgesamt höheren Spannungen das anomale Übergangsverhalten die Regel. Besonders deutlich wird in dieser Auftragung die gute Reproduzierbarkeit des $\dot{\epsilon}$ -Niveaus für Spannungswechsel zurück auf den Grundwert von 68 N/mm².

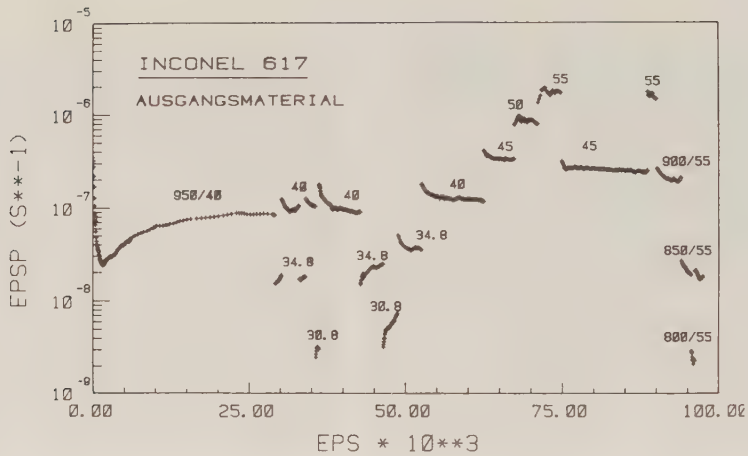


Abb. 4.57: Kriechkurvenverlauf nach Spannungs- und Temperaturwechseln an Ausgangsmaterial ausgehend von Grundtemperatur 950 °C und einer Spannung von 40 N/mm²

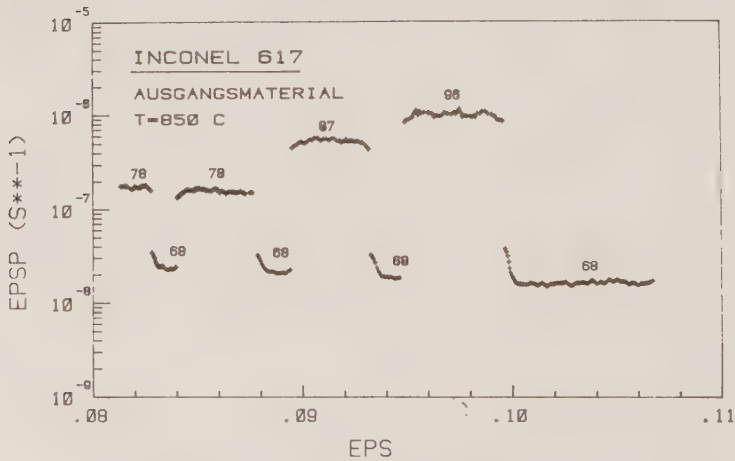
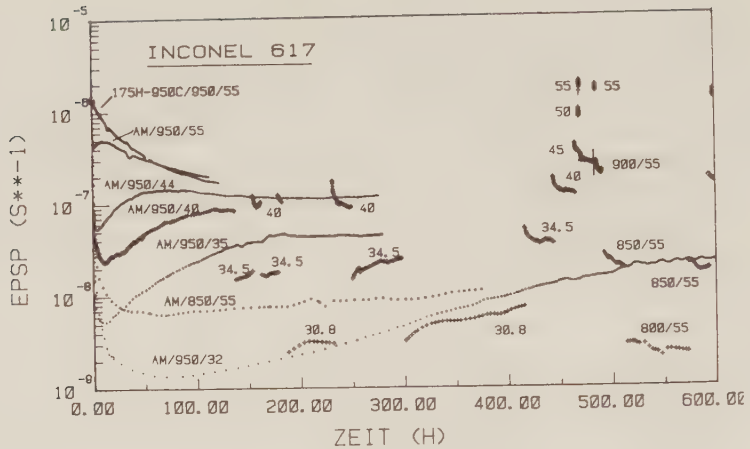


Abb. 4.58: Kriechkurvenverlauf nach Spannungswechseln an Ausgangsmaterial bei 850 °C

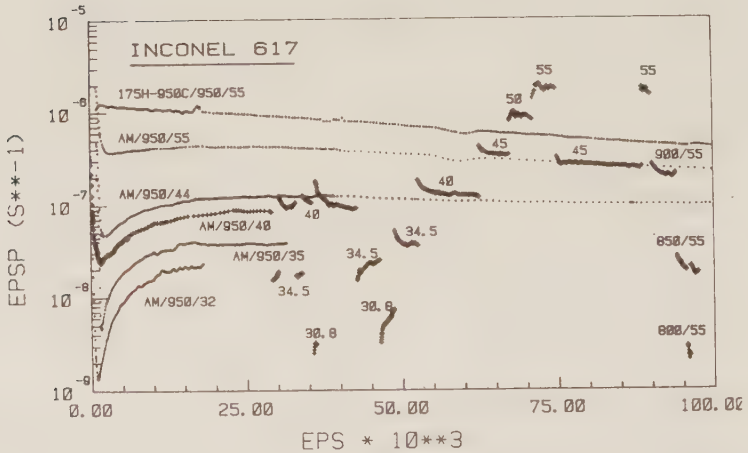
Der Vergleich mit dem Verlauf des Übergangsbereiches der monotonen Versuche zu Beginn der Verformung (vgl. Kap. 4.2.2) zeigt, dass die Verformungsbedingungen für das Auftreten des anomalen Übergangsverhaltens nach Wechseln weitgehend identisch sind mit denen für die Ausbildung eines $\dot{\epsilon}$ -Maximums im monotonen Versuch. Die Verformungskarte für das $\dot{\epsilon}$ -Maximum (Abb. 4.35) ist deshalb ohne weiteres auch für die Voraussage des Übergangsverhaltens nach Spannungswechseln verwertbar. Bei den Wechseln in den Abbildungen 4.57 und 4.58 muss man nur die zum Zeitpunkt des Wechsels jeweils abgelaufene Versuchszeit von einigen hundert Stunden berücksichtigen. Der zugehörige Verformungsgrad soll bei dieser halbquantitativen Bewertung ausser acht gelassen werden.

Zur genaueren Einschätzung des Einflusses von Versuchszeit und Verformungsgrad sind in Abbildung 4.59 die Wechsel aus Abbildung 4.57 mit monotonen Referenz-Kriechversuchen verglichen. In Abbildung 4.59a vermittelt vor allem der $\dot{\epsilon}$ -t-Verlauf nach den wiederholten Spannungserniedrigungen auf 34.5 bzw. 30.8 N/mm² einen Eindruck von der zeitabhängigen Entfestigung, die jeweils den gleichen Gang aufweist wie in monotonen Versuchen mit vergleichbarer Referenzspannung. Die gedachte Verlängerung der monotonen Referenzkurve von 35 N/mm² verläuft bei den ersten drei Wechseln oberhalb der Wechselkriechrate, da durch die schnellere Vorverformung im Wechselversuch in derselben Zeit eine grössere Dehnung und damit eine grössere Verfestigung erzeugt worden ist. Beim vierten Wechsel auf 34.5 N/mm² gleichen sich die $\dot{\epsilon}$ -Niveaus von Wechsel und Referenzkurve wieder an, nachdem zwischenzeitlich der langzeitige Wechsel auf 30.8 N/mm² für weitere Alterung des Gefüges bei gleichzeitig geringer Dehnungszunahme gesorgt hat. Diese Entwicklung ist im übrigen auch bei dem anschliessenden Wechsel zurück auf den Ausgangswert von 40 N/mm² zu verfolgen.

Da zum Vergleich mit den Spannungswechseln zu höheren Spannungswerten keine hinreichend langzeitigen monotonen Referenzkurven vorliegen, ist in Abbildung 4.59b für eine Spannung von 55 N/mm² die Kriechkurve nach 175-stündiger Vorauslagerung und, da nicht verfügbar, eine analog zur Verformung bei 44 N/mm² konstruierte Kriechkurve (vgl. Abb. 4.33b) nach 500-stündiger Vorauslagerung mitaufgenommen. Der Vergleich der Spannungswechsel zu höheren Werten mit der Kriechkurve des ausgelagerten Materials hat den Vorteil, dass das Karbidgefüge trotz der bei dem hohen Spannungsniveau



a)



b)

Abb. 4.59: Verlauf der Kriechrate bei Spannungs- und Temperaturwechseln an Ausgangsmaterial im Vergleich zu monotonen Versuchen an entsprechender Verformungsbedingung als Funktion a) der Zeit, b) der Dehnung

schnellen Verformung die gleiche zeitliche Entfestigungsentwicklung mitgemacht hat wie das Gefüge zum Zeitpunkt des Wechsels und dass zudem die Versetzungsstruktur infolge gleichgrosser Dehnung in etwa vergleichbar ist. Gleichwohl darf dabei nicht übersehen werden, dass die Versetzungsstruktur im Wechselversuch im Vergleich zum monotonen Referenzversuch bei sehr unterschiedlichen, insgesamt niedrigeren Spannungsniveaus zustande gekommen ist. Immerhin ist die Kriechrate nach dem Wechsel auf 55 N/mm^2 nur geringfügig höher als die der monotonen 500 h-Kriechkurve, wohingegen die Referenzkurve für Ausgangsmaterial bei gleicher Spannung (55 N/mm^2) wegen der in der Zeit bis 7.5 % Dehnung noch nicht so weit fortgeschrittenen Gefügealterung ein wesentlich tieferes $\dot{\epsilon}$ -Niveau aufweist. Im Falle des T-Wechsels auf 850°C liegt die (extrapolierte) monotone Referenzkurve für Ausgangsmaterial deutlich unterhalb der Kriechrate des Wechsels. Dieser Verlauf ist qualitativ zu erwarten, da das Gefüge bei 950°C erheblich stärker altert als bei 850°C auch nach wesentlich längerer Versuchszeit (vgl. Kap. 4.2.2.2).

Der oben genannte Vorteil der in Bezug auf die Verformungszeit stabilen Gefügeverhältnisse kommt insbesondere auch bei Wechselversuchen an langfristig ausgelagertem Material zum Tragen: Die Diskussion der Wechsel kann sich allein auf die Entwicklung der Versetzungsstruktur konzentrieren und braucht eine etwaige gleichzeitige Gefügealterung, die z.B. im Fall von Ausgangsmaterial das Bild stark verkompliziert, nicht zu berücksichtigen. Abbildung 4.60 ist zu entnehmen, dass nach einer Vorauslagerung von 8700 h bei 950°C die Kriechrate für 44 N/mm^2 nach diversen Spannungswechseln zu sowohl niedrigeren als auch zu höheren Spannungswerten mit derjenigen der monotonen Referenzprobe aus gleichvorbehandeltem Material bei 4 % Dehnung nahezu übereinstimmt. Auch hier ist wieder darauf hinzuweisen, dass im Wechselversuch nach mehrfacher Spannungserhöhung die Versetzungsstruktur wesentlich verfestigter sein müsste als in der monoton verformten Probe bei gleicher Dehnung mit der Folge, dass die Verformungsgeschwindigkeit des Wechsels deutlich niedriger hätte ausfallen müssen. Andererseits ist dem Wechsel auf 44 N/mm^2 ein langzeitiger Wechsel auf eine noch niedrigere Spannung vorausgegangen.

Das Übergangsverhalten bei diesem stark gealterten Gefüge ist im übrigen bei fortgesetzter Spannungserhöhung oberhalb 30 N/mm^2 anomal und lässt sich damit ohne weiteres in die Verformungskarte (Abb. 4.35) einordnen.

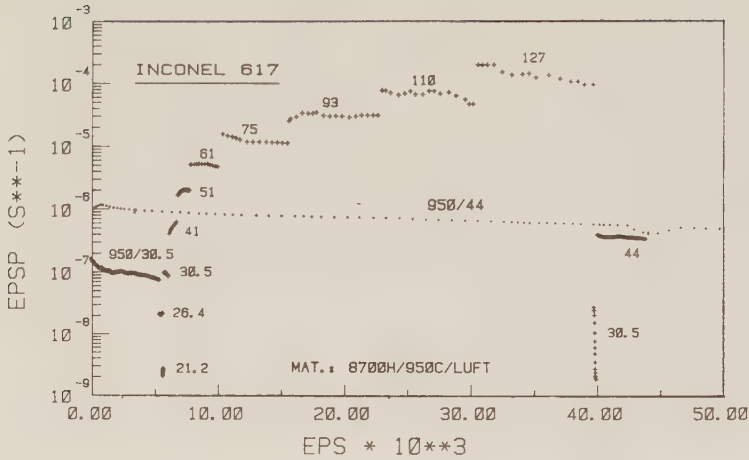


Abb. 4.60: Kriechkurvenverlauf nach Spannungswechseln an ausgelagertem Material im Vergleich zu einem monotonen Versuch

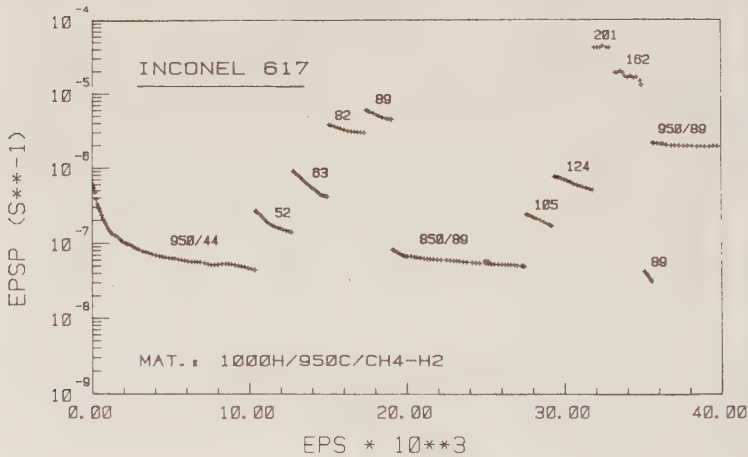


Abb. 4.61: Kriechkurvenverlauf nach Spannungswechseln an aufgekohltem Material

Nach Spannungserniedrigung von der höchsten Spannung 127 N/mm^2 zurück auf 30 N/mm^2 verläuft der Übergangsbereich ebenfalls ausgeprägt anomal. Auf diese Besonderheit wird im Rahmen der Diskussion der Verformungszustände noch einzugehen sein.

Aufgekohltes Material weist dagegen bis zu hohen Spannungen nach Wechseln normales Übergangsverhalten auf. Abbildung 4.61 zeigt diesen Sachverhalt am Verlauf der Kriechkurve einer durchgekohlten Probe nach einer monotonen Vorverformung bei 950°C und 44 N/mm^2 . Der Übergangsbereich nach Wechseln entspricht damit dem Verformungsverhalten bei Beginn der monotonen Verformung (vgl. 4.2.2.3). Nach Wiederherstellung der ursprünglichen Verformungsbedingungen verläuft die Kriechrate bei 4 % Dehnung in Verlängerung des Anfangsabschnittes der Kriechkurve.

4. 2.5. Einflussgrößen auf die Verformungsgeschwindigkeit

Im allgemeinen steht im Vordergrund des wissenschaftlichen Interesses die Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der stationären Verformungsgeschwindigkeit. Die Analyse des Kriechkurvenverlaufs in den vorangegangenen Kapiteln in Verbindung mit der Versetzungsstrukturbeobachtung zeigt aber, dass sich i.a. unter den gegebenen Verformungsbedingungen selbst bei hohen Dehnungen eine stationäre Verformungsgeschwindigkeit nicht einstellt. Die Untersuchung der Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der Kriechrate muss daher im vorliegenden Fall bei der Angabe der Kriechrate den jeweiligen Verformungszustand berücksichtigen, der der Kriechrate zugrundeliegt. Nur Verformungsgeschwindigkeiten bei qualitativ gleichem Verformungszustand, d.h. in erster Näherung bei gleicher Dehnung, können miteinander verglichen werden. Da aber das Gefüge bei Verformung mit unterschiedlicher Verformungsgeschwindigkeit bis zum Erreichen identischer Dehnungen unterschiedliche Alterung erfährt und damit bei grösseren Dehnungen die Heterogenisierung der Versetzungsstruktur unterschiedlich beeinflusst wird, (vgl. Kap. 4.2.3 u. 4.2.4) beschränkt sich eine sinnvolle Angabe der Spannungs- und Temperaturabhängigkeit von $\dot{\epsilon}$ letztlich auf den Anfangsbereich der Kriechkurve. Dort ist die Voraussetzung qualitativ übereinstimmender, nämlich homogener Versetzungsstruktur für alle Spannungen am ehesten erfüllt.

Die Prüfung des funktionalen Zusammenhangs von $\dot{\epsilon}$ und σ bzw. von $\dot{\epsilon}$ und T

geht von dem Potenzansatz (Glg. 2.2) für die Spannungsabhängigkeit und dem Arrhenius-Ansatz für die Temperaturabhängigkeit (Glg. 2.2) aus. Zur Angabe der Spannungsabhängigkeit ist $\dot{\epsilon}$ über σ doppeltlogarithmisch aufgetragen und der Spannungsexponent n als Steigung $d \log \dot{\epsilon} / d \log \sigma$ des Kurvenverlaufs definiert, während die Aktivierungsenergie Q aus der Steigung $d \ln \dot{\epsilon} / d (1/T)$ der Auftragung $\ln \dot{\epsilon}$ über $1/T$ als Mass für die Temperaturabhängigkeit hervorgeht.

4. 2.5.1. Spannung

Bei Ausgangsmaterial ist im Bereich des Minimums bzw. am Ende des Übergangsbereiches in den Fällen, in denen kein Minimum oder sogar ein Maximum auftritt, die dem jeweiligen Spannungsniveau entsprechende Versetzungsdichte eingestellt; die Heterogenisierung hat aber noch nicht begonnen. Aus Abbildung 4.62 geht hervor, dass für die minimalen Kriechraten bei beiden Verformungstemperaturen die Steigung der jeweils an die Messpunkte angepassten Kurve mit abnehmender Spannung zunimmt, d.h. der Spannungsexponent n hängt selbst von der Spannung ab. Er steigt bei 850 °C mit abnehmender Spannung von 6 auf 12, bei 950 °C von 6 auf 16.

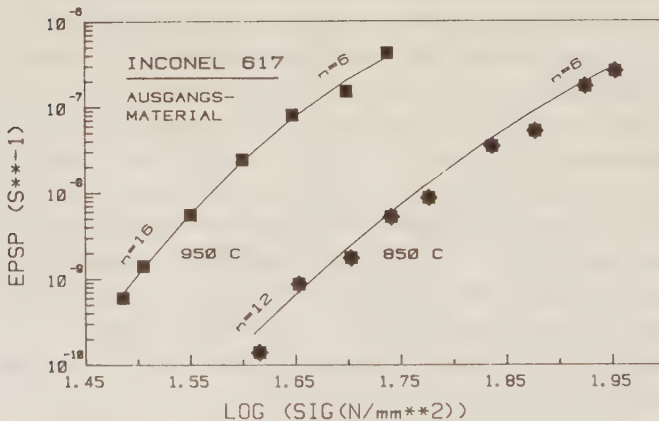


Abb. 4.62: Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechrate von Ausgangsmaterial bei 850 °C und 950 °C (vgl. Abb. 4.28/4.29)

Bei ausgelagertem Material ist zur Bestimmung der Spannungsabhängigkeit die Verformungsgeschwindigkeit am Ende des kurzen Übergangsbereiches zu Beginn der Verformung verwendet, also bevor die Heterogenisierung der Versetzungsstruktur beginnt. Allerdings liegen für denselben Materialzustand jeweils nur wenige monotone Kriechversuche mit variierender Spannung vor. In Abbildung 4.63 sind die $\dot{\epsilon}$ - σ -Wertepaare zusammen mit den Werten von Ausgangsmaterial aus Abbildung 4.62 aufgetragen. Darüberhinaus sind der Abbildung 4.63 für beide Temperaturen Werte zu entnehmen, die aus Spannungswechseln mit steigenden Spannungen an stark gealtertem Material stammen. Die Wechsel sind zu Beginn der Kriechverformung durchgeführt, wo die Heterogenisierung noch nicht weit fortgeschritten ist. Sie sind unter der Annahme mitaufgenommen, dass bei steigenden Spannungen selbst nach bereits einsetzender Substrukturbildung mit der nächsthöheren Spannungsstufe wieder neue homogen verteilte Versetzungen erzeugt werden, die zunächst den Verformungszustand bestimmen, so dass die oben geforderte Vergleichbarkeit der Strukturen gegeben ist. Die Veränderung des Karbidgefüges während des Wechselversuchs kann bei diesem stark gealterten Material, wie im vorigen Kapitel schon besprochen, vernachlässigt werden.

Abbildung 4.63 macht deutlich, dass mit zunehmender Auslagerungszeit nicht nur das gesamte $\dot{\epsilon}$ -Niveau nach oben verschoben ist, sondern auch - zumindest bei 950 °C gut erkennbar - der Spannungsexponent, d.h. die Steigung, insgesamt kleiner wird. Für die 8700 h-Probe nimmt n sogar Werte um 4 wie für einphasiges Material an.

Im Falle von aufgekohltem Material ist die Versetzungsstruktur in den Ringzonen des Probenquerschnitts sehr uneinheitlich (vgl. Kap. 4.2.3). Der normale Übergangsbereich zu Beginn der Verformung und nach Spannungswechseln (vgl. Kap. 4.2.2.3 u. 4.2.4) weist darauf hin, dass die Heterogenisierung schon früh einsetzt und eine konstante (stationäre) Kriechrate nach einigen Prozent Dehnung zu erwarten ist (vgl. Abb. 4.37). Den für die Bestimmung der Spannungsabhängigkeit in Abbildung 4.63 verwendeten Kriechraten am Ende des Übergangsbereiches liegen daher Verformungszustände zugrunde, die mit denen in Abbildung 4.64 nicht unbedingt vergleichbar sind. Abbildung 4.64 zeigt die Wertepaare aus Spannungswechselversuchen an durchgekohltem Material (1000 h/950 °C/CH₄-H₂) für einen grossen Spannungsbereich. Der Spannungsexponent ist auch bei niedrigen Spannungen relativ klein (6-8) und insgesamt nicht stark von der Spannung abhängig.

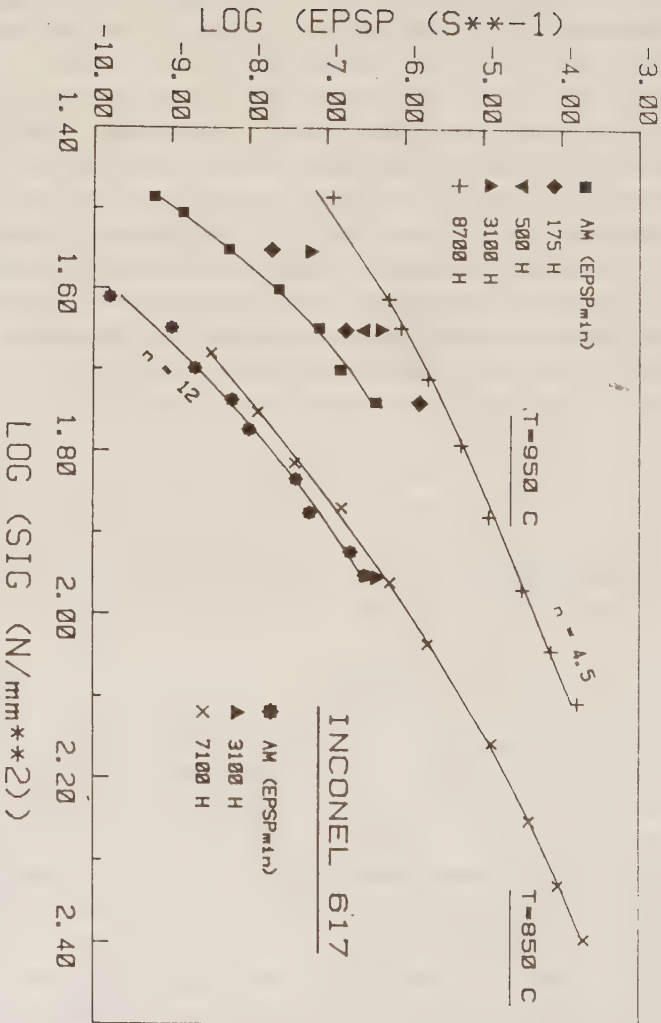


Abb. 4.63: Spannungsabhängigkeit der Kriechrate bei 850 °C und 950 °C. Ausgangsmaterial im Vergleich zu ausgelagertem Material (Voll-Symbole : monotone Versuche, minimale Kriechrate, Strich-Symbole : Spannungswechsel im Bereich homogener Versetzungsstruktur)

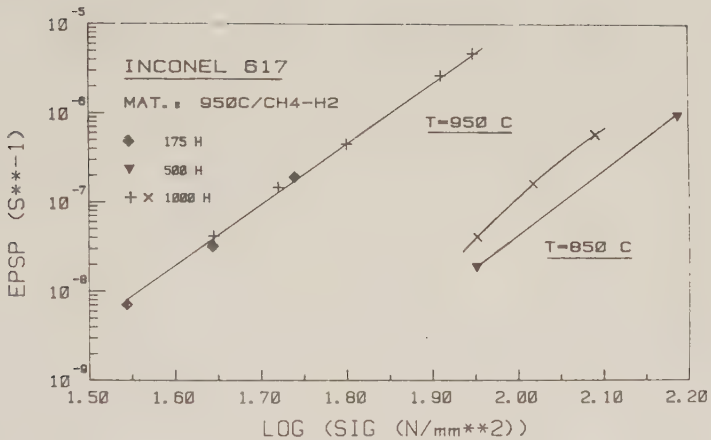


Abb. 4.64: Spannungsabhängigkeit der Kriechrate von aufgekohltem Material

Angesichts der einschränkenden Betrachtung zu Beginn dieses Kapitels gestaltet sich der Vergleich der hier gewonnenen Spannungsabhängigkeiten mit Werten aus der Literatur ausgesprochen schwierig, da in den meisten Arbeiten mit der Angabe der Spannungsabhängigkeit nicht gleichzeitig über den Kriechkurvenverlauf berichtet wird und damit über den zugrundeliegenden Verformungszustand Unklarheit besteht. Der Bezug auf die minimale Kriechrate ist nicht ohne weiteres eindeutig, da ja je nach Verformungsbedingung im Verlauf der Kriechkurve zwei Minima auftreten können: einmal im Anfangsbereich bei Dehnungen unter 1 %, zum anderen bei grossen Dehnungen, wo durch die Überlagerung von versetzungsstrukturbedingtem $\dot{\epsilon}$ -Abfall und Tertiärbereich ebenfalls ein Minimum entsteht (vgl. z.B. Abb. 4.29c). Andere Arbeiten beziehen sich auf die stationäre Kriechrate, die sich bei der Verformung von solchen Materialspezifikationsformen (andere Korngrösse, Kohlenstoffgehalt, thermo-mechanische Vorbehandlung, usw.) einstellt, welche Bruchdehnungen von 30 bis 40 % zulassen (siehe auch Abb. 5.7). Wegen dieser unterschiedlichen Voraussetzungen erscheint es ratsam, von einem direkten Vergleich der Spannungsabhängigkeiten abzusehen.

Stattdessen ist in Abbildung 4.65 die 1%-ige Zeitdehngrenze für Ausgangsmaterial bei 850 °C und 950 °C mit den entsprechenden Kennlinien aus Verformungsexperimenten anderer Autoren /62/ verglichen. Bei den hohen Spannungen - d.h. naturgemäss auch bei der niedrigen Temperatur - stimmen die Messpunkte mit der Referenzkennlinie gut überein. Bei 950 °C weist das in der Referenzuntersuchung verformte Material mit abnehmender Spannung systematisch kürzere Dehnzeiten auf. Der Unterschied in den Dehnzeiten macht z.B. bei 32 N/mm² einen Faktor 5 aus. Da die Korngrösse des Referenzmaterials mit 80 µm (ASTM 4.5) wesentlich kleiner ist als die mittlere Korngrösse in dieser Arbeit (500 µm), spricht alles dafür, diesen Unterschied der Dehnzeiten auf entsprechend unterschiedlich hohe Anteile des Korngrenzengleitens an der Gesamtverformung zurückzuführen. Nach der Abschätzung des Korngrenzengleitbeitrags in Kapitel 4.2.3.2 ist ja auf diesen Einfluss der Korngrösse bereits hingewiesen worden. Nach /2/ ergibt sich - bei 1000 °C und 24.5 N/mm² - für das hier diskutierte Korngrössenverhältnis 80 : 500 ein Verhältnis der (stationären) Kriechraten von ca. 10. Dieses Zeitverhältnis lässt sich auch in Abbildung 4.65 bei der 950 °C-Verformung im Vergleich der beiden Korngefügezustände für eine Spannung von 24.5 N/mm² extrapolieren.

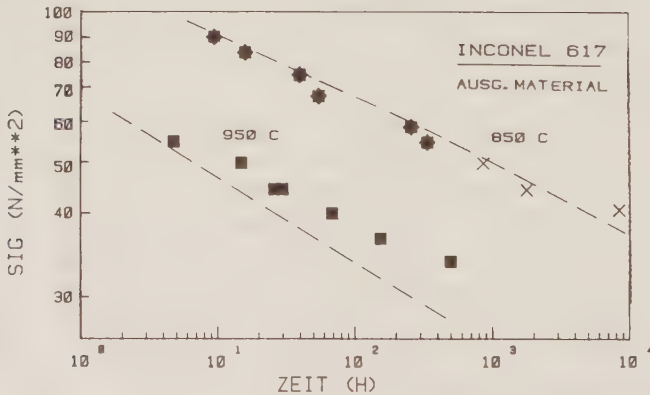


Abb. 4.65: 1%-Zeitdehngrenze von Ausgangsmaterial (Voll-Symbole) im Vergleich mit Messwerten aus Lit. /62/ (gestrichelte Linien, vgl. Abb. 2.7, Strich-Symbole siehe Text)

Bei der 850 °C-Verformung weisen die Kriechkurven für die drei kleinsten Spannungen 50, 44.4 und 40 N/mm² Gesamtdehnungen von unter 1 % auf, so dass sie in Abbildung 4.65 nicht berücksichtigt werden können. Unter der Annahme einer temperaturunabhängigen Ähnlichkeit der Kriechkurven bei 850 und 950 °C (vgl. Abb. 4.31) kann man aber die 1%-Dehnzeiten für die drei Spannungen, gestützt auf die Kriechverformung bei 950 °C, hochrechnen: Die in Abbildung 4.65 besonders gekennzeichneten Dehnzeiten stehen zu den Dehnzeiten der 950 °C-Verformung bei den jeweils gleichen Spannungen im selben Verhältnis wie die minimalen Kriechraten in den zugehörigen Kurven.

4. 2.5.2. Temperatur

Einen ersten Eindruck von der Temperaturabhängigkeit von $\dot{\epsilon}$ vermittelt implizit bereits die Auftragung $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$ (Abb. 4.63), in der beide Verformungstemperaturen gleichzeitig aufgenommen sind. Man entnimmt dieser Abbildung, dass jeweils bei konstanter Spannung und vergleichbarer Auslagerungszeit die Differenz der Verformungsgeschwindigkeiten der 850 °C- und 950 °C-Verformung mit abnehmender Spannung grösser, die Temperaturabhängigkeit also stärker wird. Bei Ausgangsmaterial ist der Unterschied kleiner als bei langfristig ausgelagertem Material.

Im vorliegenden Fall ist bei nur zwei Verformungstemperaturen eine Prüfung des Arrhenius-Ansatzes für die monotone Verformung nicht möglich. In Abbildung 4.66 sind daher zur Prüfung des obigen Ansatzes neben den Wertepaaren für 850 ° und 950 °C von Ausgangsmaterial, die lediglich der Ermittlung von Q dienen, Wertepaare aus Temperaturwechseln von 950 ° auf 900 °, auf 850 ° und schliesslich auf 800 °C (vgl. Abb. 4.59a oder b) aufgetragen.

Die Auftragung der monotonen Versuche bestätigt, dass Q mit abnehmender Spannung zunimmt und zwar von 485 kJ/mol bei 55 N/mm² auf 570 kJ/mol bei 41 N/mm². Die so bestimmte Aktivierungsenergie übersteigt damit die Aktivierungsenergie für die Selbstdiffusion von Ni, $Q_{sd} = 280$ kJ/mol /58/, beträchtlich. Wichtiger Gesichtspunkt bei den Wertepaaren der Temperaturwechsel ist, dass sie auf einer Geraden liegen. Mit 465 kJ/mol ist Q mit den Werten der monotonen Versuche vergleichbar.

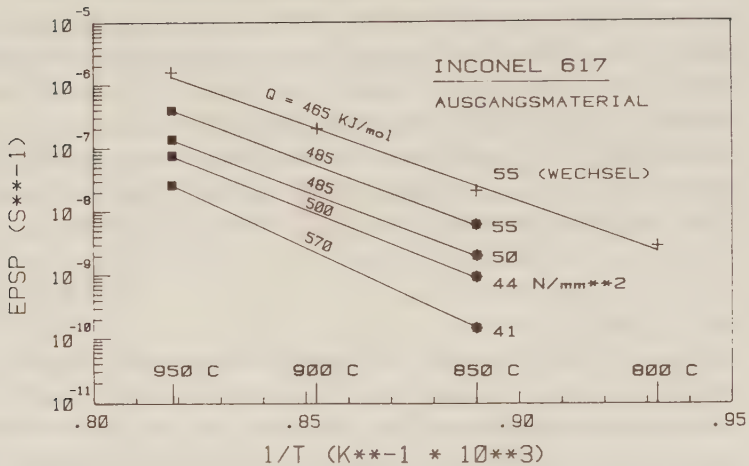


Abb. 4.66: Temperaturabhängigkeit von Ausgangsmaterial

Bei diesem Vergleich ist aber darauf hinzuweisen, dass das Karbidgefüge über die Wechsel hinweg als stabil angesehen werden kann, während bei den monotonen Versuchen die verschiedenen Temperaturen von Beginn der Verformung an aufgrund der Temperaturabhängigkeit der Ausscheidungskinetik (vgl. Kap. 4.1.2.2) unterschiedliches Karbidgefüge zur Folge haben. Andererseits muss man aber bei den Wechseln beachten, dass sie erst nach 500 h bzw. bei einer Dehnung von fast 1 % durchgeführt worden sind, so dass aus der Ähnlichkeit der Q von Wechseln und monotonen Versuchen nicht notwendigerweise geschlossen werden kann, dass der Gefügezustand keinen Einfluss auf die Bestimmung von Q hat. Hier können sich durchaus gegenläufige Effekte aufheben.

Vielmehr zeigt Abbildung 4.63, dass mit zunehmender Karbidalterung der Abstand der $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$ -Kurven für 850 °C und 950 °C im Bereich kleiner Spannungen, wo grosse Spannungsexponenten bei 850 °C kleineren bei 950 °C gegenüberstehen, zunimmt. Die Aktivierungsenergie, die sich für 50 N/mm²

bei der Verformung eines Gefüges nach Auslagerung von 7100 h bei 850 °C bzw. 8700 h bei 950 °C ergibt, beträgt fast 700 kJ/mol. Dagegen liegt Q für sehr hohe Spannungen, bei denen die Spannungsexponenten für 850 °C und 950 °C bei Werten um 4 in etwa übereinstimmen, mit 290 kJ/mol in der Nähe von Q_{sd} von Ni. (Die Wertepaare sind nicht eigens in einem $\ln \dot{\epsilon}$ - T-Diagramm aufgetragen.) Wie der Spannungsexponent n im Falle der Spannungsabhängigkeit von $\dot{\epsilon}$, so hängt also auch die Aktivierungsenergie Q von der Spannung und vom Gefügezustand ab.

5. INTERPRETATION DES VERFORMUNGSVERHALTENS

5. 1. Einführung

Die Ergebnisse in Kapitel 4 zeigen, dass das Kriechverhalten des untersuchten Blechwerkstoffes IN 617 im Einsatzbereich zwischen 850 und 950 °C von erheblichen Abweichungen vom klassischen Fall gekennzeichnet ist. Die Komplexität des Werkstoffgefüges lässt vermuten, dass es dabei zur Überlagerung verschiedener Einflüsse auf den Verformungszustand kommt.

Die Diskussion versucht, die Einflüsse zu separieren und den geschwindigkeitsbestimmenden Verformungsmechanismus herauszuarbeiten. Angesichts der Vielfalt der Einzelphänomene treten die Ansatzpunkte für die Diskussion nicht in allen Fällen klar zu Tage. Die Messergebnisse sollen daher zunächst in einer eher qualitativen Revision nach Massgabe phänomenologisch erkennbarer Zusammenhänge vorstrukturiert werden:

Das Ausgangsgefüge für die Kriechversuche an Neumaterial weist neben einem hohen Fremdatomgehalt in der Matrix im Einsatzbereich zwischen 850 °C und 950 °C als wesentliches Gefügemerkmal fein verteilte Cr_{23}C_6 -Karbide auf, die sich schon nach wenigen Stunden entlang bestimmter kristallographischer Richtungen im Korn ausscheiden. Bei kaum merklicher Vergrößerung nimmt ihre Verteilungsdichte im Verlaufe langer Auslagerungszeiten deutlich ab. Gleichzeitig wachsen Cr_{23}C_6 -Korngrenzenkarbide, deren Struktur sich zum Teil qualitativ in $(\text{Mo,Cr})_6\text{C}$ umwandelt. Der Fremdatomgehalt der Matrix ist von diesem Umwandlungsprozess nur geringfügig betroffen. Dagegen entsteht bei Einsatz in aufkohlender Atmosphäre von der Probenoberfläche her hinsichtlich Karbidart und -verteilung sowie Matrixzusammensetzung ein vollkommen verändertes Gefüge.

Die Besonderheiten im Kriechverhalten von Neumaterial betreffen insbesondere den Bereich kleiner Spannungen. Während sich bei hohen Spannungen nach einem kurzen verfestigenden Übergangsbereich über grosse Verformungsbereiche eine konstante Kriechrate einstellt, bildet sich mit abnehmender Spannung bei sehr kleinen Dehnungen ein zunehmend stärker ausgeprägtes Minimum der Kriechrate aus. Das bedeutet bei Annahme eines Potenz-

ansatzes (Glg. (2.2)), dass der Spannungsexponent n mit abnehmender Spannung von 4 auf 16 zunimmt. Da $\dot{\epsilon}$ nach Durchlaufen des Minimums bei kleinen Spannungen um so deutlicher wieder ansteigt, nimmt die Spannungsabhängigkeit mit zunehmender Dehnung wieder ab und ist bei $\epsilon = 2.5\%$ am geringsten. Der Spannungsexponent ist dort spannungsunabhängig und liegt etwa bei 4.

Bei thermisch vorbehandeltem Material ist im Vergleich zu Neumaterial das Minimum mit zunehmender Auslagerungszeit weniger ausgeprägt. Nach sehr langen Auslagerungszeiten tritt nicht nur kein Minimum auf, sondern $\dot{\epsilon}$ steigt zunächst sogar an. Oder anders ausgedrückt: Für ein Minimum vergleichbarer Ausprägung bedarf es nach Vorauslagerung kleinerer Spannungen; oder: die Spannungsabhängigkeit nimmt mit zunehmender Gefügealterung ab. Das Minimum wird also offensichtlich von einem Gefügeelement bestimmt, dessen Wirksamkeit im Laufe der Zeit nachlässt. Nach Ausweis der Gefügeuntersuchungen spricht alles dafür, dass nur die intragranularen Karbide in Frage kommen.

Aber nicht nur die Ausprägung des Minimums wird mit zunehmender Alterung schwächer. Auch setzt die Kriechrate bei deutlich höherem Niveau ein. Das Verhalten zeigt zumindest qualitativ, dass eine der Zugverformung überlagerte zeitlich abklingende Probenkontraktion infolge Phasenumwandlung (negatives Kriechen) als Ursache für die Ausbildung des Minimums unwahrscheinlich ist. Das höhere $\dot{\epsilon}$ -Niveau nach Vorauslagerung kann nur durch eine "substantielle", zu Verformungsbeginn ganz oder teilweise abgeschlossene Materialschwächung hervorgerufen werden. Eine bleibende Materialschwächung ist z.B. die Ausscheidungsüberalterung. Hingegen bleibt nach einer Gitterkontraktion die Materialfestigkeit in erster Näherung unverändert.

Die Versetzungsstruktur im Bereich des Minimums ist homogen. Als erster Verformungszustand wird daher die Wechselwirkung des homogenen Netzwerkes mit den Karbiden zu diskutieren sein. Gleichzeitig interessiert aber auch, warum die Versetzungsstruktur nach einem stark verfestigenden Übergangsbereich überhaupt homogen ist. Die Diskussion zielt darauf, zu einer physikalisch sinnvolleren Beschreibung der Spannungsabhängigkeit von $\dot{\epsilon}$ zu gelangen als sie die Aufnahme eines variierenden Spannungsexponenten darstellt. Die Abschätzung des Karbidgefügebeitrags kann sich dabei jedoch

nicht auf eine quantitative Beschreibung der extrem inhomogenen Karbidstruktur stützen, sondern muss sich mit Parametern der Materialvorgeschichte zur Gefügecharakterisierung begnügen.

Mit zunehmender Dehnung, im Fall von Neumaterial ab etwa 3 %, bei vorausgelagertem Material schon eher, fällt die Kriechrate bis zum Tertiärbereich hin erneut ab. Mit dem Abfall geht eine langsame Heterogenisierung der Versetzungsstruktur einher, schliesslich bilden sich Subkörner aus. Die Subkornwände sind an Karbiden fixiert, so dass die Subkörner zwischen den Karbidzeilen längliche Formen einnehmen. Ihre Grösse, gemessen als Umfang, wird von der Karbidverteilung nicht beeinflusst. Hingegen nimmt der Winkelunterschied zwischen benachbarten Subkörnern, d.h. die Dichte der Subkornwände, mit zunehmender Vorauslagerung zu. Beginn und Grad der Heterogenisierung werden also offensichtlich durch die Karbidstruktur bestimmt. Eine Gleichgewichtssubstruktur scheint sich auch bei grossen Dehnungen nicht einzustellen. Welche Vorgänge zur Substrukturbildung führen und insbesondere welche Auswirkungen dieser Verformungszustand auf die Kriechrate hat, wird im zweiten Diskussionsteil besprochen. Für eine quantitative Beschreibung der Spannungsabhängigkeit im Bereich grosser Dehnungen sind jedoch die aufgenommenen Kriechdaten unzureichend.

Das Kriechverhalten von aufgekohltem Material entspricht mit zunehmendem Aufkohlungsgrad weitgehend dem klassischen Fall eines sich über mehrere Prozent erstreckenden verfestigenden Übergangsbereiches. Ein Minimum der Kriechrate tritt nicht auf. Mit weiter zunehmender Dehnung bleibt die Kriechrate nach Ausbildung einer Substruktur in den Aufkohlungszonen bis zum Tertiärbereich konstant.

5. 2. Verformungszustände

5. 2.1. Homogene Versetzungsstruktur

Die Matrix von IN 617 ist infolge der hohen Fremdatomkonzentration an Cr, Mo, Co stark mischkristallgehärtet. Nimmt man dementsprechend an, dass solche drag Kräfte den Verformungszustand bestimmen, so wird man zu Beginn der Verformung den für sogenannte Class-II-Legierungen charakteristischen Anstieg der Kriechrate erwarten. Bei IN 617 ist dieser anfängliche Anstieg

nur nach langer Vorauslagerung des Materials zu beobachten. Hingegen ist der Anfangsbereich bei Neumaterial von einem - spannungsabhängigen - Abfall der Kriechrate gekennzeichnet. Die Legierung ist ja nicht einphasig, sondern weist intragranular feinverteilte Karbide auf. Ihre Wechselwirkung mit den Versetzungen überlagert sich dem solute drag Einfluss der Fremdatome. Dass die Legierung nach langen Auslagerungszeiten dennoch Class-II-Verformungsverhalten zeigt, bedeutet demnach, dass die Wechselwirkungskraft der Karbide mit zunehmender Alterung zurückgeht und dafür - wie bei einphasigem Material - solute drag Kräfte den Verformungszustand bestimmen. Bei Neumaterial führt der Teilchenhärtungsbeitrag der Karbide zu einem verfestigenden Übergangsbereich, der bei relativ kleinen Dehnungen bereits abgeschlossen ist. Nach Ausweis der Strukturbeobachtung ist jedoch die Versetzungsstruktur im gesamten Übergangsbereich homogen, d.h. sie liegt als homogenes dreidimensionales Netzwerk vor. Der Übergangsbereich stellt also keinen klassischen Primärbereich wie etwa im Fall von reinen Metallen dar, in dem die Versetzungsstruktur zu einer stationären Substruktur heterogenisiert (vgl. Kap. 2).

Vom Standpunkt der Mischkristall-Härtung ist diese Strukturentwicklung nur folgerichtig. Die Fremdatome, die im Verzerrungsfeld der Versetzung mitwandern, behindern die Versetzungsbewegung und verzögern dadurch die Versetzungsmultiplikation. Da der Verfestigungsschritt sehr langsam abläuft, können sich örtliche Versetzungsverdichtungen hinreichend schnell erholen, bevor sie sich zu stabilen heterogenen Konfigurationen entwickeln. Die Netzwerkmaschenweite wird zwar kleiner, aber die Struktur bleibt zunächst homogen. Die innere Verspannung des Kristalls wächst mit zunehmender Versetzungsdichte. Anelastische langreichweitige Rückspannungen, wie sie mit heterogenen Versetzungsprodukten verbunden sind, bauen sich jedoch nur sehr langsam auf. Die effektive Spannung $\sigma - \sigma_j$ und demnach auch die Versetzungsgeschwindigkeit v verringern sich daher nicht sehr stark. Da weitgehend alle Versetzungen beweglich bleiben, kann die Zunahme der Versetzungsdichte ρ_{mob} nach Belastung gemäss Glg. (2.1) zunächst sogar zu einem Ansteigen der Kriechrate führen. Auf jeden Fall bewirkt, solange solute drag Kräfte den Verformungsvorgang bestimmen, der "gebremste" Verfestigungsprozess einen nur mässig abfallenden Übergangsbereich (Class-II-Verhalten).

Dieser Matrixsituation überlagert sich im vorliegenden Fall die Wechselwirkung fein verteilter Karbide mit der Versetzungsstruktur. Karbide sind

ortsfeste Hindernisse für die Versetzungsbewegung. Wenn ihr Abstand im Mittel von gleicher Grössenordnung wie die Maschen des Netzwerks ist, müssen dabei einzelne Maschen die Karbide überwinden. Die Überwindung erfolgt thermisch aktiviert, indem die Versetzungen die Karbide überklettern. Ein rein athermischer Überwindungsprozess innerhalb der Gleitebene wie z.B. der Orowanprozess würde ja sehr schnell zu dichten Verfestigungskonfigurationen führen, die aber nicht beobachtet werden. Gleichwohl ist aber auch das Überklettern von Teilchen mit Verlängerung von Versetzungslinienlänge verbunden, da beim Überklettern infolge der dreidimensionalen Anordnung des Netzwerks die Maschenknoten auf beiden Seiten des Karbids ortsfest bleiben. Die Verlängerung von Versetzungslinienlänge muss von der angelegten Spannung aufgebracht werden. Sie ist als Hindernisspannung aufzufassen, die sich um so mehr auf die Verformung auswirkt, je grösser das Hindernis und je kleiner der mittlere Hindernisabstand im Verhältnis zur Maschenweite ist. In der Transportgleichung (2.1) drückt sich diese Verkleinerung der effektiven Spannung in einer deutlichen Abnahme der Versetzungsgeschwindigkeit v aus. Da die Maschenweite mit abnehmender Spannung zunimmt, ist der Einfluss bei niedrigen Spannungen am grössten. Tatsächlich ist der Abfall von $\dot{\epsilon}$ unmittelbar nach der Belastung bei den niedrigen Spannungen am steilsten. Bei dem Wechselwirkungsprozess wird die Versetzungslinienlänge verlängert, das Netzwerk also dichter. Da die nunmehr verkleinerten Maschen mit der Karbidstruktur weniger wechselwirken müssen, flacht der Abfall mit zunehmender Verformung ab, bis schliesslich bei Erreichen eines Gleichgewichtszustandes die Kriechrate konstant wird. Dabei bleibt das Netzwerk homogen. Die Karbide wirken für die Maschen wie "Stützhalter", die eine Wechselwirkung der Versetzungen untereinander erschweren. Im Endeffekt verstärken die Karbide damit den Verzögerungseinfluss der Fremdatome auf den Heterogenisierungsprozess, wenn auch der Wechselwirkungs-Mechanismus in beiden Fällen verschieden ist. Als Folge davon wird der Beginn der Heterogenisierung zu um so grösseren Dehnungen verschoben, je dichter und homogener das Karbidgefüge ist. Bei hohen Spannungen ist das Netzwerk schon von Beginn der Verformung an so feinmaschig, dass sich die Veränderung des Netzwerks weitgehend in den Zwischenräumen zwischen den Karbiden abspielen kann. In diesen Fällen ist das Verformungsverhalten demjenigen von einphasigem Material ähnlich.

Vergleicht man andererseits Kriechkurven verschiedener Karbidalterungsstu-

fen bei gleicher Spannung, so wächst die Tendenz zu einphasigem Verhalten mit zunehmender Auslagerungszeit d.h. abnehmender Karbiddichte. Bei Neumaterial ist ein Anstieg von $\dot{\epsilon}$ infolge solute drag Effekt allerdings auch für die höchste vorliegende Spannung nicht zu verzeichnen. Es ist fraglich, ob sich bei noch höheren Spannungen der Anstieg infolge solute drag Effekt noch einstellen würde. Ihrer Natur nach müssten sich die solute drag Kräfte eigentlich mit zunehmender Spannung abschwächen. Das steht jedoch keineswegs im Widerspruch zu den vorliegenden Ergebnissen: Im zweiphasigen Material bestimmt ja die Teilchenstruktur bei kleinen Spannungen den Verformungszustand. Erst bei Spannungen, die im Vergleich zur Hindernisspannung der Teilchenstruktur gross sind, drücken sich solute drag Effekte im anfangs ansteigenden Kriechkurvenverlauf aus. Bei besonders dichten Teilchenstrukturen (z.B. bei Neumaterial) kann aber die Wechselwirkung zwischen Teilchen und Versetzungen noch bei Spannungen wirksam sein, bei denen der solute drag Mechanismus für eine bestimmte Mischkristallzusammensetzung vernachlässigbar ist. Als Folge davon wäre bei diesen Spannungen trotz einphasigen Gefügeverhaltens wieder ein verfestigender Übergangsbereich zu erwarten.

Bei der Gefügealterung kommt normalerweise - z.B. bei Ostwaldreifung - die Zunahme des Teilchenabstandes durch das Wachstum einzelner Teilchen bzw. die Auflösung anderer Teilchen zustande. Für athermische Teilchenüberwindung bedeutet das eine klare Gefügeschwächung. Beim Überklettern würde die Vergrösserung der Kletterhöhe der Zunahme des Abstands aber wieder entgegenwirken, so dass in der Summe durch Alterung keine nennenswerte Entfestigung zu erwarten wäre. Das Argument trifft für IN 617 nicht zu, da die Alterung nicht mit einer Vergrößerung der intragranularen Karbidstruktur verbunden ist, sondern die Karbidstruktur im Korn infolge heterogenen Wachstums der Korngrenzenkarbide einfach nur an Dichte verliert, d.h. der intragranulare Volumenanteil wird kleiner.

Die Einstellung einer stationären Versetzungsstruktur setzt eine unveränderliche Karbidstruktur voraus. Da aber die Karbidstruktur im Laufe der Kriechverformung altert, wird die Gleichgewichtsbedingung auch von der Gefügeseite her beeinflusst: Die Hindernisstärke der Karbidstruktur wird schwächer, die Kriechrate steigt wieder an. Das dadurch gebildete Minimum

der Kriechrate ist in der Auftragung von $\dot{\epsilon}$ über ϵ um so ausgeprägter, d.h. der Wiederanstieg um so steiler, je kleiner die Kriechrate ist, je mehr Zeit also bis zum Erreichen des Minimums verstrichen ist.

Im Lauf des Wiederanstiegs von $\dot{\epsilon}$ bilden sich - bei Neumaterial etwa ab 2 %, je nach Vorauslagerung schon früher - unbewegliche Versetzungsverdichtungen, Zellstrukturen und schliesslich Subkornwände aus. Die Diskussion der homogenen Versetzungsstruktur ist damit abgeschlossen. Sie hat - in Dehnung gesprochen - nur einen relativ kurzen Teil der Kriechkurve behandelt. Jedoch haben sich hier wichtige Indizien für die Beurteilung der einzelnen "Härtungspartner" in der Legierung herauskristallisiert. Insbesondere der anfängliche Anstieg der Kriechrate infolge von solute drag Effekten muss zu diesen Indikatoren gezählt werden. Die Erörterung der Hindernisspannung wird in einem späteren Kapitel wieder aufgegriffen und als Schwellspannung σ_0 im Zusammenhang mit der Spannungsabhängigkeit der Kriechrate quantitativ beschrieben.

5. 2.2. Heterogene Versetzungsstruktur

Class-II-Legierungen sind nur im Anfangsbereich der Kriechverformung durch die Wechselwirkung der Versetzungsstruktur mit den Fremdatomen (solute drag) kontrolliert. Abhängig von der Stärke der Wechselwirkungskraft verfestigen sie früher oder später und bilden Substrukturen aus. Der mit der Heterogenisierung der Versetzungsstruktur verbundene allmähliche Abfall der Kriechrate ist bei der Legierung Ni20Cr /64/ zu beobachten (Abb.

5.1). Langzeitig ausgelagertes Material IN 617 weist dieses Verhalten ebenfalls auf. Das ist nach Aussage des vorangegangenen Kapitels naheliegend: Für eine bestimmte Spannung nimmt die Hindernisstärke der Karbide gegenüber der Versetzungsbewegung mit zunehmender Alterung irgendwann so stark ab, dass das Material als einphasig angesehen werden kann. In der gleichsam einphasigen Legierung richtet sich die Versetzungsstruktur in erster Näherung nach den Verfestigungsbedingungen im atomaren Bereich, d.h. sie heterogenisiert nach Massgabe der Matrixzusammensetzung.

Bei Neumaterial sind die ersten unbeweglichen Versetzungsprodukte erst nach ca. 2 % Dehnung zu beobachten, also während des Wiederanstiegs der

Kriechrate jenseits des Minimums. Im Bereich des Minimums wird ja der Verformungszustand noch von der Wechselwirkung der freien Versetzungen mit den Karbiden bestimmt. In dieser Konfiguration können sich nur wenige Versetzungsmaschen zwischen den Karbiden unbehindert bewegen. Die zur Heterogenisierung notwendige Wechselwirkung der Versetzungen untereinander kommt nicht zustande. Erst wenn die Karbidstruktur im Laufe der Kriechverformung altert, treten karbidarme Bereiche auf, die Ansätze zur Substrukturbildung aufweisen. Die Substrukturwände legen sich dabei vorzugsweise an die Karbidreihen an, die diese "weichgewordenen" Bereiche begrenzen. Die mit ihrem Aufbau verbundenen langreichweitigen Rückspannungen wirken bei der Veränderung des Netzwerkes als zusätzliche "Hindernisspannung" der angelegten Spannung entgegen. Als Folge dieser Wechselwirkung der freien Versetzungen mit den Substrukturwänden geht die Verformung in diesen Bereichen zurück, obwohl die Bereiche vom Standpunkt der homogenen Versetzungsstruktur her weich sind. Die makroskopische Kriechrate steigt allerdings trotz beginnender Substrukturbildung noch weiter an. Offensichtlich dominieren hier noch die Bereiche mit homogener Versetzungsstruktur, in denen die Karbidalterung unmittelbar zu einer Gefügeschwächung führt. Der Fort-

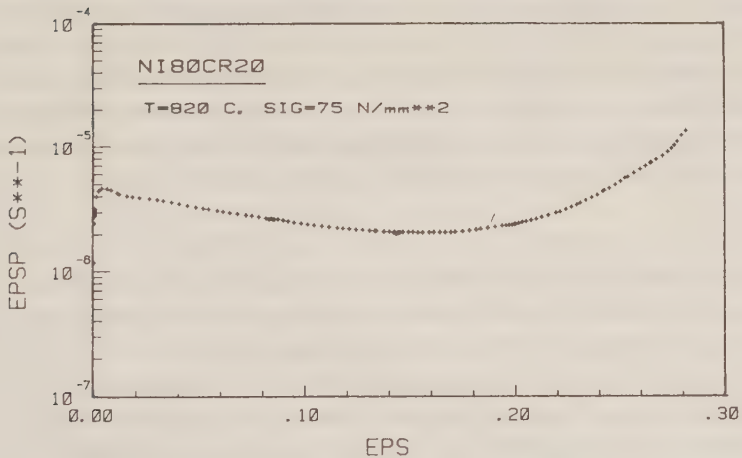


Abb. 5.1: Kriechverhalten von Ni20Cr bei 820 °C, aus /64/

schritt der Heterogenisierung ist jedoch nicht nur der weiteren Karbidstrukturalterung zuzuschreiben. Denn mit zunehmender Verbreitung der heterogenen Versetzungsstruktur wachsen örtlich die Rückspannungen stark an. Die Verformung konzentriert sich daher vorzugsweise auf Bereiche mit noch homogener Versetzungsstruktur, selbst wenn diese bei der ursprünglich homogenen Spannungsverteilung zu hart waren. Die Heterogenisierung setzt dann auch in diesen Bereichen ein, ohne dass die Karbidalterung nennenswerte Fortschritte macht. Mit zunehmender Erfassung des Kristalls durch heterogene Versetzungsstrukturen lädt sich das System immer mehr auf, was schliesslich - auch bei Neumaterial - in einer makroskopisch abfallenden Kriechrate zum Ausdruck kommt.

Dass die inneren Spannungen mit zunehmender Heterogenisierung zunehmen, zeigen ja auch qualitativ die dip-test-Messungen an stark vorausgelagertem Material, bei dem sich die Heterogenisierung der Versetzungsstruktur schon fast von Beginn der Verformung an entwickelt. Im Vergleich zu Neumaterial ist hier die für die Substrukturbildung kritische Versetzungsdichte infolge der weicheren Karbidstruktur schon bei kleinen Dehnungen eingestellt. Entsprechend weit ist die Substruktur nach vergleichbaren Dehnungen entwickelt. Insbesondere die Dichte der Subkornwände, d.h. der Winkelunterschied zwischen den Subkörnern ist sehr viel ausgeprägter als bei Neumaterial. Der Subkorndurchmesser, d.h. die Ausdehnung der Subkornwandfläche, ist dagegen unabhängig vom Gefügezustand. Nach Ausweis der wenigen quantitativen Strukturauswertungen scheint er wie in einphasigen Legierungen nur von der Spannung abzuhängen. Da die höhere Wanddichte stärkere Rückspannungen erzeugt, ist es nur folgerichtig, dass die Kriechrate nach Vorauslagerung entsprechend steiler abfällt als bei Neumaterial.

Die Kriechrate kann nicht endlos abfallen, denn mit zunehmender Verdichtung der Wände steigt naturgemäss auch die Triebkraft für Erholung an, d.h. die Triebkraft für Auflösung und Umordnung der Subkornwände bzw. ihre Bewegung in energetisch günstigere Positionen. Die Kriechrate ist stationär, wenn sich ein dynamisches Gleichgewicht von Verfestigung und Erholung eingestellt hat. In den vorliegenden Fällen ist aber selbst bei stark vorausgelagertem Material wegen des schliesslich einsetzenden Tertiärbereiches nicht eindeutig erkennbar, ob die Substruktur stationär geworden ist.

Eingangs des Kapitels wurde hinsichtlich der Substrukturausbildung auf die Vergleichbarkeit von gealtertem Material und einphasigen Legierungen ähnlicher Zusammensetzung hingewiesen. In der Tat lässt die stark gealterte Karbidstruktur das Einsetzen der Heterogenisierung der Versetzungsstruktur bei den gleichen kleinen Dehnungen zu wie etwa bei einphasigem Ni20Cr (Abb. 5.1). Jedoch ist der Abfall der Kriechrate bei Ni20Cr geringer. Offenbar erfolgt der Fortschritt der inneren Verspannung dort weniger ausgeprägt als in ausgelagertem IN 617. Ein Teil des Unterschieds im vorliegenden Vergleich ist auf die bei den Vergleichsdaten niedrigere Verformungstemperatur von Ni20Cr zurückzuführen. Da die Substrukturentwicklung dort nur von solute drag Kräften gesteuert ist, erfolgt diese gerade bei niedrigen Temperaturen um so langsamer. Andererseits ist die Matrix von IN 617 stärker mischkristallgehärtet und sollte nach fortgeschrittener Alterung der Karbidhindernisse für eine verzögerte Substrukturbildung sorgen. In Wirklichkeit haben jedoch die Karbide, auch wenn sie für die homogene Versetzungsstruktur als Hindernis unwirksam geworden sind, auch einen Einfluss auf die Anordnung und Form der Subkörner. Wie aus zahlreichen TEM-Beobachtungen hervorgeht, sind ja die Subkörner nicht freibeweglich, sondern zwischen die Karbidzeilen eingezwängt. In dieser Konfiguration ist die Vernichtung von Versetzungen durch Umordnung der Subkornwände entscheidend erschwert. Neben der Umordnung ist vor allem auch eine Bewegung der Subkornwände nahezu unmöglich. Die Behinderung wird besonders deutlich bei Spannungswechseln zu niedrigen Spannungen hin. Die Substruktur, die sich nicht entsprechend dem niedrigeren Spannungsniveau erholen kann, bewirkt, dass die Kriechrate nach dem Wechsel bedeutend kleiner ist als im monotonen Referenzversuch. Spannungswechsel nach oben sind hingegen mit dem Referenzversuch eher vergleichbar, da höhere Spannungen kleinere Subkörner, d.h. zusätzliche Verfestigung, bedingen.

Als Folge der Erholungsbehinderung durch die Karbide kommt es mit zunehmenden Auslagerungszeiten nur bis zu einer bestimmten Karbidalterung zu einer progressiv abgestuften Abnahme der Kriechrate. Danach wird der Abfall wieder weniger steil. Es ist anzunehmen, dass nach sehr langen Zeiten die Auflösung der intragranularen Karbidstruktur so weit fortgeschritten ist, dass die fertigen Subkörner von immer weniger Karbiden festgehalten werden und damit endlich doch eine Gleichgewichtsähnliche Konfiguration

einnehmen können. Insbesondere in den karbidfreien Säumen der Korngrenzen ist ihre regellose (Gleichgewichts-) Anordnung zu beobachten.

Im Grunde hat die Karbidstruktur in der mischkristallgehärteten Matrix also zwei Funktionen, die beide zu einer Absenkung der Kriechrate führen: Im Bereich homogener Versetzungsstruktur erhöht sie die Verfestigung im Sinne einer Verdichtung der Versetzungsstruktur, sofern der mittlere Karbidabstand hinreichend klein ist. Ist das nicht der Fall, wird die Versetzungsstruktur wie in einphasigem Material früh heterogen. Die solute drag Kräfte in der Matrix bewirken allerdings, dass sich die Heterogenisierung langsam aufbaut, d.h. dass sich eine stationäre Kriechrate, wenn überhaupt, erst bei grossem ϵ einstellt. Die Karbidstruktur verstärkt dabei die Rückspannung, die von der Substruktur ausgeht, indem sie, das ist ihre zweite Funktion, die Erholung behindert. Die Verformung ist mithin im Bereich heterogener Versetzungsstruktur erholungskontrolliert, während sie bei homogener Versetzungsstruktur vom Ausmass der thermischen Aktivierung abhängt. Das Verformungsverhalten unterscheidet sich damit im Prinzip nicht von demjenigen einphasiger Class-II-Legierungen. Die Dichte der Karbidstruktur bestimmt jedoch einerseits, bei welcher Dehnung der verfestigungskontrollierte Verformungszustand in den erholungskontrollierten übergeht. Darüberhinaus verstärken die Karbide die Intensität der Verformungszustände.

Die Inhomogenität der Karbidstruktur spielt eine entscheidende Rolle im Hinblick auf die Heterogenisierung. Bei der Wechselwirkung der homogenen Versetzungsstruktur mit den Karbiden kommt es nur auf eine mittlere Hinderniseinwirkung an. Für die Heterogenisierung der Versetzungsstruktur bedarf es jedoch einzelner weicher Bereiche von der Grössenordnung der Subkörner. Wenn die Substruktur gebildet ist, kann dann nur eine "Kette" von Teilchen die Umordnung und Bewegung der Subkornwände wirksam behindern. Eine γ' -gehärtete Ni-Basislegierung mit statistisch regellos verteilten γ' -Kugeln bildet i.a. keine Substruktur aus. Dafür ist die Teilchenstruktur zu homogen. Wenn sie aber so stark gealtert ist, dass die Teilchenabstände Heterogenisierung zulassen, ist die Teilchenverteilungsdichte so gering, dass eine Behinderung der Substrukturumordnung bzw. eine Beeinflussung der Subkornform nicht zu erwarten ist. Die Legierung kann dann in keiner Hinsicht mehr als teilchengehärtet gelten.

5. 2.3. Verformungszustand nach Aufkohlung

Bei Einsatz in aufkohlender Atmosphäre liegen abhängig von der Aufkohlungstiefe mehrere Verformungszustände vor. Im unbeeinflussten Probenkern entspricht die Versetzungsstruktur derjenigen in ausgelagertem Material; d.h. je nach Auslagerungszeit sind die Karbide gealtert und lassen mit zunehmender Dehnung mehr oder weniger Substrukturbildung zu. Im Aufkohlungsbereich muss man zwei Einflusszonen unterscheiden: zunächst den Bereich der Reaktionsfront in dem durch zusätzliche fein verteilte $M_{23}C_6$ -Karbide der Teilchenhärtungseffekt zunimmt. Da die Matrix noch nicht stark an den mischkristallhärtenden Atomen Cr und Mo verarmt ist, ist die Versetzungsbewegung ähnlich wie im Fall von Ausgangsmaterial bei der Wechselwirkung mit den Karbiden durch solute drag Kräfte beeinflusst. Der solute drag Effekt ist jedoch schwächer ausgeprägt, so dass im Falle hoher Spannungen, d.h. bei "einphasigem" Verhalten, die Ausbildung der Substruktur relativ früh abgeschlossen ist und $\dot{\epsilon}$ damit stationär werden kann (Abb. 4.37).

Zum Probenrand hin sind die Mischkristallhärter Cr und Mo in noch viel stärkerem Masse in Karbidform gebunden. Auch sind die M_7C_3 -Karbide im Durchkohlungsbereich so gross, dass sie nicht mehr überklettert werden können. Da sie umgangen werden, bilden sich früh Verfestigungsprodukte, die sich schon bei kleinen Dehnungen zu Subkörnern umbilden können. Die Subkornform ist in diesem Bereich kaum durch Karbide beeinflusst.

Makroskopisch richtet sich die Kriechrate nach der Zusammensetzung des Probenquerschnitts aus den verschiedenen Zonen. Dabei scheint die kurzzeitig aufgekohlte Probe (46 h) mit grossem Anteil an "natürlichem" Gefüge und einer äusseren Ringzone aus dichter Karbidstruktur den grössten Härtungseffekt gegenüber Ausgangsmaterial aufzuweisen. In diesem Gefüge dominiert die Teilchenhärtung bei homogener Versetzungsstruktur bis zu relativ grossen Dehnungen. Die Ausbildung eines Minimums ist nicht ausgeschlossen, da ja der alternde Probenkern einen relativ grossen Flächenanteil einnimmt.

Mit zunehmender Aufkohlungszeit verringert sich dieser Anteil zugunsten der Aufkohlungszone. Am Probenrand schiebt sich allmählich die durchgekohlte Zone nach, in der die Teilchenhärtung wieder abnimmt. Die sich

früh entwickelnde Substruktur in dieser Zone bestimmt mehr und mehr den Verformungszustand. Bei kleinen Dehnungen liegt die Kriechrate des durchgekohlten Gefüges noch über derjenigen von Ausgangsmaterial, da die "Substrukturhärtung" noch nicht greift. Ab ca. 0.2 % bewirkt diese jedoch eine grössere Festigkeit als die allmählich alternden Karbide von Ausgangsmaterial, die noch mit dem homogenen Versetzungsnetzwerk wechselwirken. Bei grösseren Dehnungen fällt die Kriechrate von Ausgangsmaterial wieder ab, dann ist die Kriechrate "über dem Berg" und nähert sich der inzwischen stationär gewordenen Kriechrate des Aufkohlungsgefüges. Sie kann diese sogar unterschreiten, da infolge der zeitigen Karbidstruktur in Ausgangsmaterial die Einstellung einer Gleichgewichtssubstruktur stärker behindert ist.

5. 3. Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der Kriechrate

Die logarithmische Auftragung der minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ gegen die Spannung σ zur Prüfung des Potenzansatzes (Glg. 2.2) weist für alle Auslagerungszustände einen variablen Spannungsexponenten n auf (Abb. 4.63). Er steigt mit abnehmender Spannung an, und zwar um so stärker, je weniger das Material vorgealtert ist. Der über den ganzen Spannungsbereich konkave Kurvenverlauf legt die Existenz einer asymptotischen Grenzspannung nahe. Wie in Kapitel 2 ausgeführt, lässt sich die Annahme einer Schwellspannung auch im Falle des Überkletterns rechtfertigen, wenn das Überklettern einen athermischen Energieaufwand, die Verlängerung von Versetzungslinienlänge, erfordert. Zwar ist die Hindernisspannung σ_0 nach Evans und Knowles /22/ auch geringfügig von der angelegten Spannung abhängig. Im wesentlichen ist σ_0 aber von den Teilchenparametern bestimmt. Da σ_0 für die Kriechverformung nicht zur Verfügung steht, muss eine kleinere, effektive Spannung, $\sigma - \sigma_0$, in den Potenzansatz eingehen. Also ist zu prüfen, ob der Ansatz (vgl. Glg. (2.7))

$$\dot{\epsilon} \sim (\sigma - \sigma_0)^p \quad (5.1)$$

die Abhängigkeit besser beschreibt. Wie gross ist aber σ_0 jeweils? Mit Kenntnis der Teilchenparameter Radius und Abstand wäre nach Evans und

Knowles σ_0 prinzipiell aus der Teilchenstruktur bestimmbar. Jedoch erschwert die inhomogene Verteilung (Zeiligkeit) der Karbidstruktur die Angabe eines repräsentativen Mittels. Da beide Darstellungsformen (2.2) und (5.1) bei geeignetem σ_0 identisch sind (vgl. Kap. 2.1), lässt sich aber mit Kenntnis von n über Glg. (2.8) σ_0 auch rechnerisch bestimmen. Wegen der Streuung der Messwerte ist die Bestimmung von n allerdings nicht sehr zuverlässig. Auch liegen die Punkte im allgemeinen nicht sehr dicht. Man kann aber ausgehend von einem Startwert so lange ein neues σ_0 von σ abziehen, bis die Bedingung einer linearen Abhängigkeit in der doppeltlogarithmischen Auftragung von Gleichung (5.1) erfüllt ist. Man erkennt aus Abbildung 5.2, dass die Methode in der Nähe dieses Wertes sehr sensibel reagiert. Bei zu kleinem σ_0 bleibt die Kurve konvex gekrümmt, bei zu grossem σ_0 konkav. Zum Beispiel ist bei Neumaterial und 850 °C die Bedingung bei $\sigma_0 = 31 \text{ N/mm}^2$ erfüllt, bei 950 °C beträgt $\sigma_0 = 24 \text{ N/mm}^2$. Die lineare Abhängigkeit besagt allerdings noch nichts über den Spannungsexponenten p , also über die Steigung der Geraden. p kann rein rechnerisch beliebige Werte annehmen. Wenn jedoch die Prüfung des Ansatzes (5.1) zeigen soll, dass sich die Spannungsabhängigkeit des teilchengehärteten Materials durch Abzug der teilchencharakteristischen Grösse σ_0 auf diejenige der Matrix zurückführen lässt, dann muss p wie bei einphasigem Material gleichzeitig in der Nähe von 4 liegen. Das ist bei beiden Temperaturen 850 ° und 950 °C der Fall, die Gerade hat die Steigung 4.2, wie später aus Abbildung 5.4 zu ersehen sein wird.

Das Verfahren ist auf jede Auslagerungsstufe anzuwenden, für die sich dann entsprechend der alternden Karbidhindernisstärke abnehmende σ_0 ergeben. Abbildung 5.3 zeigt die so gewonnenen σ_0 für die Temperaturen 850 ° und 950 °C in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit. Der lineare Verlauf weist einen logarithmischen Zusammenhang aus. Unter der Annahme, dass σ_0 wie bei der Orowan-Spannung einfach umgekehrt proportional zum Teilchenabstand, d.h. bei unveränderlichem Volumenanteil auch umgekehrt proportional zum Teilchendurchmesser ist, würde der logarithmische Zusammenhang auch ein logarithmisches Wachstum der Karbide bedeuten. Der Abstand ist beim Klettern jedoch nicht das einzige Kriterium. Vielmehr spielt ja gerade auch die Höhe des Hindernisses eine Rolle, so dass man ausgehend vom σ_0 -Verlauf hinsichtlich des Phasenwachstums vorsichtig interpretieren muss. Intragranular ist vor allem auch der offensichtlich abnehmende Vo-

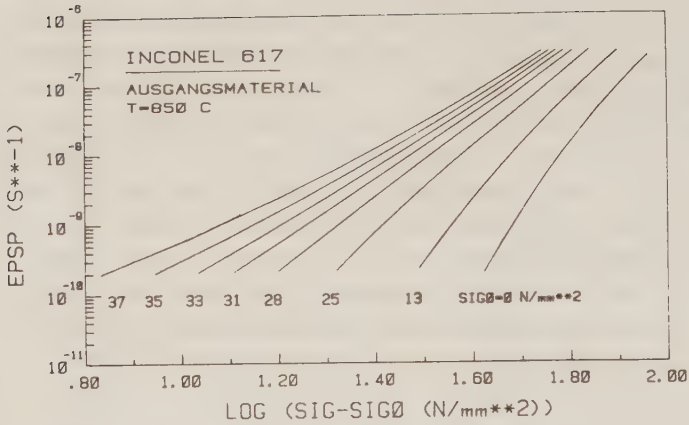


Abb. 5.2: Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechrate nach Abzug unterschiedlicher σ_0 bei einer Verformungstemperatur von 850 °C

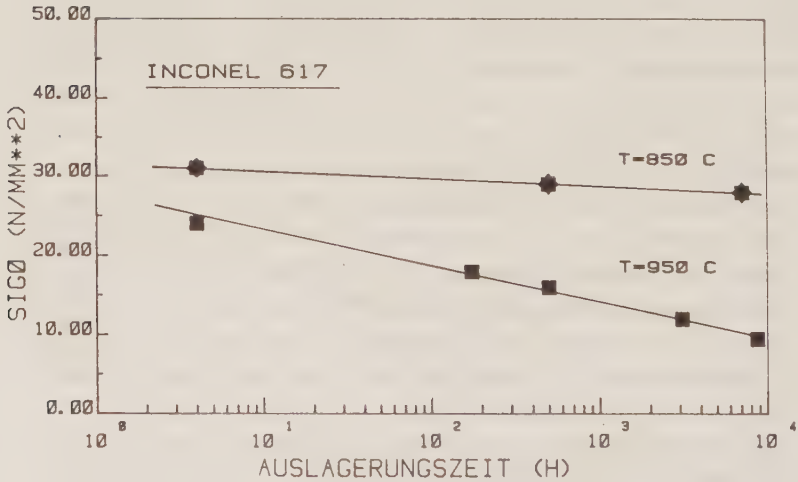


Abb. 5.3: σ_0 als Funktion der Zeit bei 850 ° bzw. 950 °C

lumenanteil zu beachten. Insgesamt soll die zeitliche Entwicklung von σ_0 deshalb ohne weitere Strukturinterpretation stehenbleiben.

Die Berücksichtigung von σ_0 bei den verschiedenen Auslagerungen führt in der Auftragung $\log \dot{\epsilon} - \log (\sigma - \sigma_0)$ für die beiden Temperaturen 850 ° und 950 °C, einschliesslich der Werte für Neumaterial, zu je einer Geraden mit Steigung 4.2. (Abb. 5.4). Zwischen den Geraden - d.h. jeweils bei gleicher Spannung - lässt sich für alle Spannungen die Temperaturabhängigkeit mit einer einzigen Aktivierungsenergie $Q = 300 \text{ kJ/mol}$ beschreiben, die nach Normierung der Spannung mit dem temperaturabhängigen E-Modul mit $Q_{sd} = 280 \text{ kJ/mol}$ ziemlich genau der Selbstdiffusion von Ni bzw. der Diffusion von Cr in Ni entspricht. Normiert man die Kriechrate durch den Exponentialterm des Diffusionskoeffizienten, so erhält man schliesslich eine temperaturunabhängige Leitkurve für das Kriechverhalten von IN 617 bei homogener Versetzungsstruktur (Abb. 5.5).

Im Vergleich mit der Spannungsabhängigkeit von Ni20Cr /61/ bzw. von Rein-Ni /14/ ist aber das $\dot{\epsilon}$ -Niveau des "einphasigen" Verhaltens bei gleicher Steigung der Messkurven von IN 617 niedriger (Abb. 5.6). Der Unterschied ist im weitesten Sinne auf deren unterschiedlichen Grad an Mischkristall-Härtung zurückzuführen. Auch ist in diesem Zusammenhang die unterschiedliche Stapelfehlerenergie der drei Legierungen anzuführen. Für eine quantitative Anpassung ist jedoch die Vergleichbarkeit der Kriechdaten nicht genügend gesichert. Es ist anzunehmen, dass es sich bei Ni und Ni20Cr um stationäre Kriechraten mit voll entwickelter Substruktur handelt, während sich die Daten bei IN 617 auf den Anfangsbereich mit homogener Versetzungsstruktur beziehen. Jedenfalls würde aber die Anpassung eine Normierung der Spannungsachse mit einem Parameter σ_c bedeuten, der Fremdatomkonzentration und Stapelfehlerenergie neben dem Elastizitätsmodul einschliessen könnte. Durch die Normierung würden die Messkurven parallel verschoben. Für den Bereich heterogener Versetzungsstruktur, also für grosse Dehnungen liegen - insbesondere bei Neumaterial - nicht genügend Versuche vor, um hier eine quantitative Aussage über die Spannungsabhängigkeit machen zu können.

Die Diskussion des Verformungszustandes zeigt, dass für die kontinuierliche $\dot{\epsilon}$ -Abnahme zu grösseren Dehnungen hin die allmähliche Entwicklung der

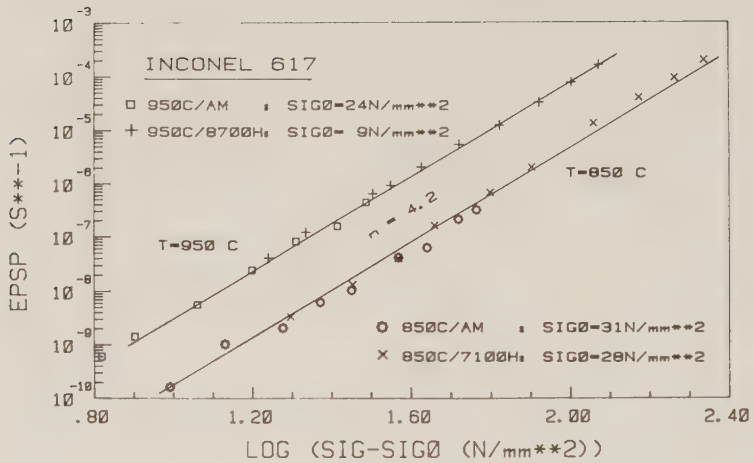


Abb. 5.4: Spannungsabhängigkeit der Kriechrate aus Abbildung 4.63 nach Abzug von σ_0

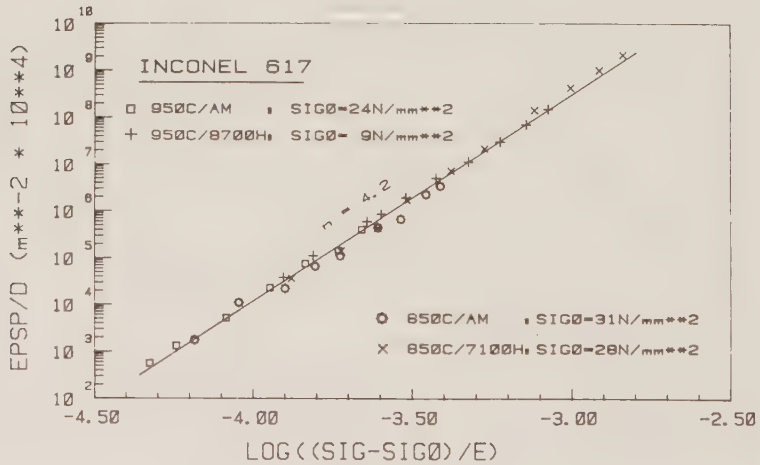


Abb. 5.5: Wie Abbildung 5.4, jedoch D- bzw. E-normiert

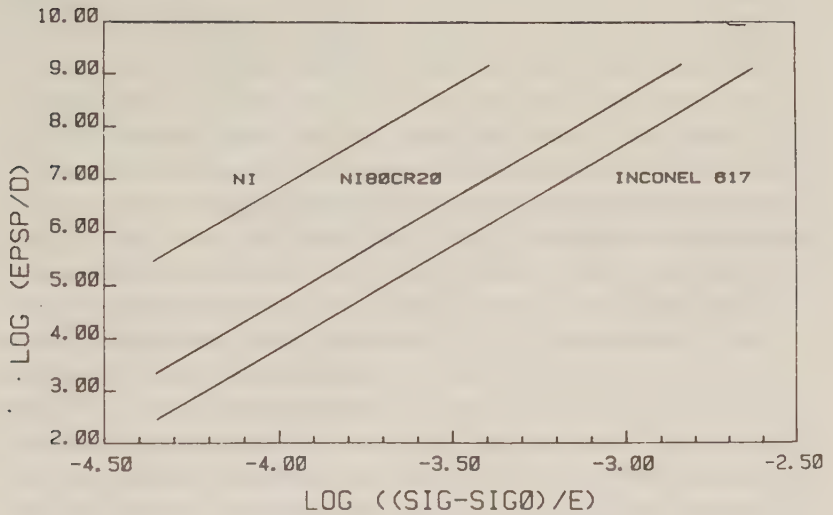


Abb. 5.6: Spannungsabhängigkeit der Kriechrate von IN 617 nach Abzug von σ_0 im Vergleich zur Legierung Ni20Cr (nach /64/) bzw. zu Rein-Ni (nach /14/)

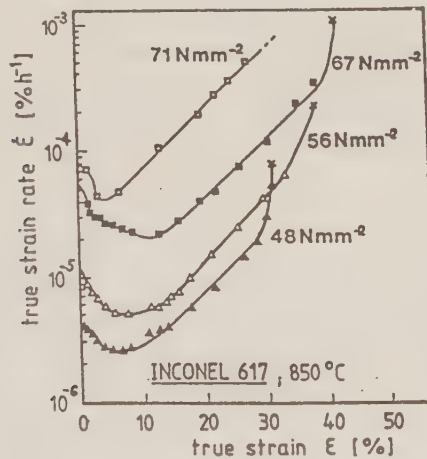


Abb. 5.7: Kriechkurven von Versuchen an IN 617 mit konstanter Last (aus /62/)

Substruktur verantwortlich ist. Durch den Aufbau der Substruktur entstehen langreichweitige innere Spannungen, die thermisch aktiviert nicht überwunden werden können. Das aus dip-tests gewonnene Ergebnis weist z.B. eine Zunahme von σ_j von 75 auf 95 % der angelegten Spannung im Verlauf von 20 % Dehnung aus. Mit dem Anstieg von σ_j wird die Verformung zunehmend erholungskontrolliert. Das bedeutet aber auch, dass die Spannungsabhängigkeit der Kriechrate abnehmen muss. Da die innere Spannung σ_j von der angelegten Spannung abhängt, wird wie in Ansatz (2.6) der Spannungsexponent im Potenzansatz nicht verändert. In der Tat zeigen Kriechversuche an IN 617 bei 850 °C von Schubert, Penkalla und Ullrich /62/ eine einheitliche Spannungsabhängigkeit der stationären Kriechrate von 4. Da die Bruchdehnung bei diesen Versuchen über 30 % hinausgeht, kann sich die Substruktur offensichtlich bis zur Stationarität entwickeln (Abb. 5.7). Die Stationarität ist allerdings nicht unter 10 % Dehnung eingestellt. Die für die Bestimmung der Spannungsabhängigkeit verwendete Kriechrate ist also erholungsbestimmt und im klassischen Sinne stationär. Der Einfluss der Karbidstruktur schlägt sich nicht im Spannungsexponenten nieder, sondern verschiebt die $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma$ -Kurve im Vergleich zu einphasigem Material nur parallel zu tieferen Werten. Der einheitliche Spannungsexponent von 4 (auch bei anderen Temperaturen), den die Autoren angeben, bestätigt diese Argumentation.

6. ZUSAMMENFASSUNG

Experimente

In der vorliegenden Arbeit wurde das Hochtemperatur-Kriechverhalten der Legierung IN 617 untersucht. Dazu wurden monotone Kriechzugversuche bei 850°C und 950°C im Spannungsbereich zwischen 30 und 90 N/mm^2 durchgeführt. Mit Spannungswechseln im Verlaufe einiger Versuche konnte der Spannungsbereich bis auf 240 N/mm^2 erweitert werden. Durch Abbruch der Versuche nach kleinen Gesamtdehnungen waren bei kleinen Spannungen Verformungsgeschwindigkeiten bis herunter zu 10^{-10} s^{-1} in vertretbaren Versuchszeiten (max. 1200 h) erfassbar.

Neben Neumaterial wurde auch ausgelagertes und aufgekohltes Material verformt. Die Vorauslagerung erfolgte jeweils bei der Verformungstemperatur. Die Auslagerungszeit betrug bis zu 8'700 h (ca. 1 Jahr). Als Aufkohlungsatmosphäre wurde $\text{CH}_4\text{-H}_2$ verwendet. Bei Kohlenstoffaktivitäten > 1 kohlten die zylindrischen Zugproben ($\varnothing 6\text{ mm}$) bei 950°C in 1'000 h vollständig durch.

Gefüge

Das Ausgangsgefüge für die Kriechversuche an Neumaterial weist neben einem hohen Fremdatomgehalt in der Matrix als wesentliches Gefügemerkmal fein verteilte Cr_{23}C_6 -Karbide mit geringem Mo-Gehalt auf, die sich schon nach wenigen Stunden entlang bestimmter kristallographischer Richtungen im Korn ausscheiden. Bei kaum merklicher Vergröberung nimmt ihre Dichte zugunsten von Cr_{23}C_6 -Karbiden auf den Korngrenzen ab.

Bei Einsatz in aufkohlender Atmosphäre entsteht von der Probenoberfläche her hinsichtlich Karbidart und -verteilung sowie Matrixzusammensetzung ein vollkommen verändertes Gefüge. An der Aufkohlungsfront verdichtet sich die Cr_{23}C_6 -Karbidstruktur des Ausgangsgefüges. Die Karbide nehmen mit zunehmendem Wachstum würfelförmigen Habitus an. Mit weiter ansteigendem Kohlenstoffangebot entstehen grosse unregelmässige Karbide der Struktur M_7C_3 mit hohem Volumenanteil. Ihre Zusammensetzung weist kein einheitliches Cr/Mo-Verhältnis auf. Gleichzeitig verarmt die Matrix an Cr und Mo.

Kriechverhalten

Das Kriechverhalten ist insbesondere im Bereich kleiner Spannungen von erheblichen Abweichungen vom idealen Kriechfall gekennzeichnet. Bei hohen Spannungen stellt sich nach einem kurzen, schwach verfestigendem Übergangsbereich über grosse Dehnungsbereiche eine konstante Kriechrate ein. Mit abnehmender Spannung wird der Übergangsbereich steiler. Es bildet sich bei sehr kleinen Dehnungen ein ausgeprägtes Minimum der Kriechrate aus. Danach steigt die Kriechrate zu einem flachen Maximum wieder an, von wo sie bis zum Tertiärbereich allmählich abfällt.

Bei der Verformung von vorausgelagertem Material ist das Auftreten des Minimums zu kleineren Spannungen hin verschoben. Auch ist der Übergangsbereich mit zunehmender Auslagerungszeit weniger verfestigend. Wenn grosse Spannungen und lange Auslagerungszeiten zusammenkommen, kann die Kriechrate im Übergangsbereich sogar ansteigen.

Das Kriechverhalten von aufgekohltem Material entspricht mit zunehmendem Aufkohlungsgrad weitgehend dem klassischen Fall eines sich über mehrere Prozent erstreckenden verfestigenden Übergangsbereiches. Ein Minimum der Kriechrate tritt nicht auf. Bei vergleichbaren Spannungen ist jedoch die Kriechrate im Bereich kleiner Dehnungen niedriger als bei nicht aufgekohltem Material.

Versetzungsstruktur

Nach Belastung bleibt die Versetzungsstruktur bis über das Minimum der Kriechrate hinaus homogen. Mit weiter ansteigender Dehnung verfestigt sie sich unter allmählicher Ausbildung einer Substruktur. Die Subkornwände passen sich dabei den Karbidreihen an. Die Subkorngrösse (Umfang) ist von der Karbidanordnung nicht berührt. Der Orientierungsunterschied zwischen benachbarten Subkörnern ist bei vorausgelagertem Material grösser als bei Neumaterial. Auch beginnt nach Vorauslagerung der Heterogenisierungsprozess bei kleineren Dehnungen.

Verformungsmechanismus

Nach Belastung wird die Kriechrate durch die Wechselwirkung des homogenen dreidimensionalen Versetzungsnetzwerks mit der Karbidstruktur kontrolliert. Die Wechselwirkung ist thermisch aktiviert. Dabei ist die Kriechrate um so stärker herabgesetzt, je kleiner der mittlere Karbidabstand im

Verhältnis zur mittleren Netzwerkmaschenweite ist. Niedrige Spannungen bedingen grosse Maschen, so dass dort der Einfluss auf die Kriechrate am grössten ist. Andererseits steigt die Kriechrate im Laufe der Verformung wieder an (Minimum), wenn der mittlere Karbidabstand durch Alterung zunimmt.

Bei hohen Spannungen ist die Maschenweite klein, und die Kriechrate hängt wie bei einphasigem Material ab von der Wechselwirkung der Versetzungen untereinander. In diesem Fall verzögern solute drag Kräfte in der stark mischkristallgehärteten Matrix die Versetzungsmultiplikation und bewirken dadurch nach Belastung zunächst ein messbar langsames Ansteigen der Kriechrate. Ab einer kritischen Versetzungsdichte verfestigt jedoch das Netzwerk und die Kriechrate fällt sehr allmählich wieder ab (Class-II-Verhalten).

Wenn die Karbide nicht mehr als Einzelhindernisse wirken, kommt es im Verlaufe mehrerer Prozent Dehnung zu Versetzungsdickichten und schliesslich zur Ausbildung der Substruktur. Der Heterogenisierungsprozess bewirkt den Aufbau langreichweitiger Rückspannungen, die thermisch aktiviert nicht überwunden werden können. Die Kriechrate wird zunehmend erholungskontrolliert. Die Karbide beeinflussen den Erholungsprozess, indem sie die Umordnung und Bewegung der entstehenden Subkornwände behindern. Mit zunehmender Verspannung steigt die Triebkraft für Erholung. Ein stationärer Verformungszustand, in dem die Erholung die Verfestigung ausgleicht, stellt sich wegen frühzeitigen Versagens des Werkstoffs nicht ein.

In aufgekohlten Gefügen lassen sich grob drei Einflusszonen für die Kriechrate angeben: In der Durchkohlungszone sind die Karbide so gross, dass sie thermisch aktiviert nicht überwunden werden können. Da die Matrix gleichzeitig an den Mischkristallhärtern Cr und Mo verarmt ist, schreitet die Verfestigung infolge von Umgehungsprozessen und damit die Heterogenisierung schnell voran. Die "Substrukturhärtung" greift also schon bei kleineren Dehnungen als beim nicht aufgekohlten Material. Im Bereich der Reaktionsfront der Aufkohlung sorgt die dichte Verteilung auch kleiner Karbide für einen erhöhten Teilchenhärtungseffekt. Im unbeeinflussten Probenkern hängt der Kriechwiderstand wie in nicht aufgekohltem Material

von der thermischen Vorgeschichte ab. Er nimmt mit zunehmener (Aufkohlungs-)Glühzeit ab, gleichzeitig verringert sich aber auch der Flächenanteil dieser Zone.

Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der Kriechrate

Im Bereich homogener Versetzungsstruktur nimmt der Spannungsexponent bei Annahme eines Potenzansatzes

$$\dot{\epsilon} \sim \sigma^n \cdot \exp(-Q/RT)$$

über den gesamten Spannungsbereich mit abnehmender Spannung von 4 auf 16 zu. Bei vorausgelagertem Material wird die Zunahme mit der Auslagerungszeit geringer. Die Aktivierungsenergie Q steigt mit fallender Spannung von 320 auf 500 kJ/mol.

Ausgehend vom herrschenden Verformungsmechanismus bei kleinen Dehnungen lässt sich durch Abzug einer teilchencharakteristischen Hindernisspannung σ_0 die Spannungs- und Temperaturabhängigkeit von IN 617 durch den Ansatz

$$\dot{\epsilon} \sim (\sigma - \sigma_0)^p \cdot \exp(-Q_{SD}/RT)$$

auf diejenige der einphasigen Matrix zurückführen. Der Spannungsexponent p ist dann 4, die Aktivierungsenergie entspricht derjenigen für Selbstdiffusion. σ_0 nimmt nach einer logarithmischen Funktion mit der Zeit ab.

7. LITERATURVERZEICHNIS

1. B. Ilschner, "Hochtemperaturplastizität", Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York, 1973
2. S. Kihara, J.B. Newkirk, A. Ohtomo, Y. Saiga, Met. Trans. A., 11A (1980) 1019
3. R. Bürgel, Dissertation, Hannover, 1981
4. R.K. Bhargava, J. Moteff, R.W. Swindeman, Met. Trans. A., 7A (1976) 879
5. J.H. Hausselt, W.D. Nix, Acta Met., 25 (1977) 595
6. R. Raj, M.F. Ashby, Met. Trans., 2 (1971) 1113
7. F.W. Crossman, M.F. Ashby, Acta Met., 23 (1975) 419
8. E. Metcalfe, B. Nath, I.F. Galbraith, Central Electricity Research Laboratories Report, Leatherhead (Surrey), 1978
9. W.L. Mankins, J.C. Hosier, T.H. Bassford, Met. Trans., 5 (1974) 2579
10. T. Takahashi, J. Fujiwara, T. Matsushima, M. Kiyokawa, I. Morimoto, T. Watanabe, Trans. Iron Steel Inst. Jap., 18 (1978) 221
11. W.D. Nix, B. Ilschner, Proc. ICSMA5, Aachen, 1979, 1503
12. T.G. Langdon, Proc. ICSMA6, Melbourne, 1982, 1105
13. H.E. Evans, G. Knowles, Acta Met., 25 (1977) 963
14. D. McLean, Trans. Met. Soc. AIME, 242 (1968) 1193
15. W. Blum, Habilitation, Erlangen, 1978
16. A.S. Argon, S. Takeuchi, Acta Met., 29 (1981) 1867
17. T. Hasegawa, Y. Ikeuchi, S. Karashima, Met. Sci. J., 6 (1972) 78
18. O.D. Sherby, P.M. Burke, Progr. Mat. Sci., 13 (1967) 325
19. L.M. Brown, R.K. Ham, in: "Strengthening Methods in Crystals", A. Kelly, R.B. Nicholson Eds., Applied Science, Ltd., London, 1971
20. B. Reppich, P. Schepp, G. Wehner, Acta. Met., 30 (1982) 95
21. G. Schoeck, "Creep and Recovery", Cleveland, 1957
22. H.E. Evans, G. Knowles, Met. Sci., 14 (1980) 262
23. R. Lagneborg, B. Bergman, Met. Sci., 10 (1976) 20
24. M.M. Myshlyaev, I.M. Aristova, Acta Met., 26 (1978) 453

25. J. Weertman, J. Appl. Phys., 26 (1955) 1213
26. A. Arieli, A. K. Mukherjee, Proc. Conf. "Creep and Fracture", Swansea, 1981, 97
27. B. Reppich, Z. f. Metallk., 73 (1982) 697
28. B. Ilschner, Mech. and Therm. Behaviour of Met. Mat., 82 (1982) 187
29. R. Singer, Dissertation, Erlangen, 1978
30. K. Hauffe, "Reaktionen in und an festen Stoffen", Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York, 1966
31. H. Nickel, Chem. Ing. Tech., 49 (1977) 639
32. H. Christ, Diplomarbeit, Erlangen, 1980
33. A. Schnaas, H.J. Grabke, Werkst. und Korros., 29 (1978) 635
34. L.W. Graham, Rev. Int. Htes. Temp. et Réfract., 13 (1976) 190
35. L. Berchtold, Dissertation, Erlangen, 1983
36. D. Vaughan, Phil. Mag., 25 (1972) 281
37. T.M. Williams, D.R. Harries, Proc. Conf. "Creep Strength in Steel and High Temperature Alloys", Sheffield, 1972
38. E. Erdős, Persönliche Mitteilung
39. H.E. Collins, C.S. Kortovich, J. Mat. JMSLA, 4 (1969) 139
40. L.M. Brown, Phil. Mag., 10 (1964) 441
41. E. Köster, A. Thörlén, A. Howie, Phil. Mag. 10 (1964) 1093
42. B.E.P. Beeston, L.K. France, J. Inst. Met., 96 (1968) 105
43. R.W. Evans, L.A. Simpson, Phil. Mag., 19 (1969) 809
44. J.M. Drapier, Acta Met., 15 (1967) 673
45. B.E.P. Beeston, I.L. Dillamore, R.E. Smallman, Met. Sci., 2 (1968) 12
46. T. Hasegawa, K. Asou, S. Karashima, Met. Trans., 5 (1974) 933
47. T. Ericsson, Acta. Met., 14 (1966) 853
48. H. Schmidt, Studienarbeit, Erlangen, 1979
49. W. Betteridge, J. Heslop, in: "The NIMONIC Alloys", E. Arnold Publ., London, 1974
50. M.H. Lewis, B. Hattersley, Acta Met., 13 (1965) 1159

51. F.R. Beckitt, B.R. Clark, Acta Met., 15 (1967) 113
52. W.J. Evans, G.F. Harrison, Met. Sci., 10 (1976) 307
53. A. Inoue, T. Masumoto, Met. Trans. A., 11A (1980) 739
54. G.D. Pigrova, E.E. Levin, Fiz. Met. Metallov., 33 (1972) 1297
55. R.C. Gifkins, Met. Sci., 7 (1973) 15
56. A.A. Solomon, Rev. Sci. Instr., 40 (1969) 1025
57. S. Takenichi, A.S. Argon, J. Mat. Sci., 11 (1976) 1566
58. J.P. Poirier, Acta Met., 25 (1977) 913
59. S. Kloucek, Diplomarbeit, Erlangen, 1979
60. M. Wünschmann, Dissertation, Erlangen, 1983
61. R.W. Lund, W.D. Nix, Acta Met., 24 (1976) 469
62. F. Schubert, H.J. Penkalla, G. Ullrich, Proc. Conf. "High Temperature Metallic Materials for Application in Gas Cooled Reactors", Wien, 1981
63. G. Fromm, "Gase und Kohlenstoff in Metallen", Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York, 1976
64. U. Engel, Dissertation, Erlangen, 1983

Lebenslauf

Persönliche Verhältnisse

Name	Peter Paul Schepp
Geburtstag	8.4.49
Geburtsort	Spiesen/Saar
Eltern	Richard Schepp Brigitte Schepp, geb. Kunz
Familienstand	verheiratet mit Ingrid Schepp, geb. Müller
Kind	Moritz Schepp

Schulische und berufliche Entwicklung

1955 - 1960	Kath. Volksschule in Sulzbach/Saar
1960 - 1968	Staatliches Realgymnasium Sulzbach
Juni 1968	Abitur
1968 - 1970	Wehrdienst
1970 - 1973	Studium der Physik und Mathematik an der Hochschule des Saarlandes in Saarbrücken
Okt. 1972	Vordiplom in Physik
1973 - 1977	Studium der Werkstoffwissenschaften an der Universität Erlangen-Nürnberg
Aug. 1976 - Juni 1977	Diplomarbeit am Institut für Werkstoffwissenschaften, Lehrstuhl Allgemeine Stoffeigenschaften (Leitung Prof. Ilschner)
Juni 1977	Diplom-Hauptprüfung im Fach Werkstoffwissenschaften
1977 - 1982	Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffwissenschaften, Lehrstuhl Allgemeine Stoffeigenschaften
seit 1.8.1982	Wissenschaftlicher Assistent an der Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (Schweiz) Laboratoire de Métallurgie Mécanique (Leitung Prof. Ilschner)

